

**TECHNICKÁ UNIVERZITA V LIBERCI**

Fakulta strojní  
Katedra částí a mechanismů strojů



# **Výzkum uzlových prvků stroje na výrobu modifikované nanovláknenné vrstvy**

**Disertační práce**

**Research nodal elements of machines  
for production modified nanofibres**

Ph. D. Thesis

**Liberec 2014**

**Ing. David Vejrych**

**TECHNICKÁ UNIVERZITA V LIBERCI**

Fakulta strojní  
Katedra částí a mechanismů strojů

# **Výzkum uzlových prvků stroje pro výrobu modifikované nanovláknenné vrstvy**

**Research nodal elements of machines  
for production modified nanofibres**

**Ing. David Vejrych**

Školitel: **prof. Ing. Ladislav Ševčík, CSc.**

Studijní program:	P2302 Stroje a zařízení
Studijní obor:	2302V010 Konstrukce strojů a zařízení
Studijní zaměření:	Části a mechanismy strojů
Školící pracoviště:	Katedra částí a mechanismů strojů

Datum státní doktorské zkoušky:	13. 12. 2007
Datum odevzdání práce:	27. 1. 2014

## **Prohlášení o původnosti disertační práce**

Prohlašuji, že jsem disertační práci vypracoval samostatně s použitím uvedené literatury.

V Liberci 27. 1. 2014

Podpis:

## **Prohlášení k využívání výsledků disertační práce**

Byl jsem seznámen s tím, že na mou disertační práci se plně vztahuje zákon č.121/2000 Sb. o právu autorském, zejména § 60 (školní dílo).

Beru na vědomí, že TUL má právo na uzavření licenční smlouvy o užití mé disertační práce a prohlašuji, že souhlasím s případným užitím mé disertační práce (prodej, zapůjčení apod.).

Jsem si vědom, že užít své disertační práce či poskytnout licenci k jejímu využití mohu jen se souhlasem TUL, která má právo ode mne požadovat přiměřený příspěvek na úhradu nákladů, vynaložených univerzitou na vytvoření díla (až do jejich skutečné výše).

V Liberci 28. 12. 2013

Podpis:

## **Poděkování**

Rád bych na tomto místě poděkoval svému školiteli panu prof. Ing. Ladislavu Ševčíkovi, CSc. z katedry částí a mechanismů strojů Technické univerzity v Liberci za jeho velmi kvalitní odborné vedení, konzultace, cenné rady a trpělivost během tvorby této práce. Též bych rád poděkoval Prof. RNDr. David Lukášovi, CSc. z katedry netkaných textilií Technické univerzity v Liberci za pomoc se zajištěním specifických měřících zařízení a odborné připomínky k problematice nanostruktur. Poděkování patří v neposlední řadě také mé rodině, přátelům a kolegům za jejich podporu, trpělivost a cenné rady při řešení této disertační práce.

## **Anotace**

Disertační práce se zabývá konstrukcí kolektorů strojů na výrobu nanovláken, s cílem získat novou nanovlákenou strukturu vhodnou pro další aplikace zejména v oblasti filtrace a tkáňového inženýrství. V práci je provedena analýza mechanických vlastností vybraných materiálových nanostruktur. Byla provedena řada měření a návrhů konstrukčního řešení sběrného kolektoru, včetně řešení s různými přídavnými materiály a medii. Současné možnosti uspořádání nanovláken ve struktuře výsledného produktu mají svá omezení daná intenzitou elektrostatického pole a elektrostatickou přitažlivostí vláken. Proto použití konstrukce řízeného kolektoru představuje možnou cestu k získání potřebné nanostruktury s větším rozsahem aplikací v průmyslové sféře.

Pro optimalizaci a studii procesu byly vytvořeny komplexní modelové simulace v prostředí metody konečných prvků, prostřednictvím kterých byl proveden návrh konstrukčního řešení s aktivním řízením kolektoru. Navrhované konstrukční řešení bylo výsledně realizováno sestavením funkčního modelu kolektoru s možností aktivního řízení prostřednictvím přídavného plynu, za účelem efektivní výroby nové třídímní nanostruktury (3D-nano). Byly provedeny experimenty na reálných vzorcích nanostruktury se statistickým vyhodnocením, kde charakteristické vlastnosti nové nanostruktury zvlákněné z funkčního modelu by porovnány se vzorky nanostruktury vyrobené současnou metodou zvláknování.

Výsledkem dizertační práce je funkční model konstrukčního uspořádání aktivně řízeného kolektoru pro výrobu nanovláken vytvářející nový typ nanostruktury, která zvyšuje použitelnost nanovláken při aplikaci buněčných struktur a filtračních schopností výsledného produktu. Finální řešení aktivně řízeného kolektoru s aplikací přídavného plynového média představuje efektivní způsob výroby nanostruktury a lze jej přímo aplikovat do stávajícího zařízení výrobní linky pro elektrostatické zvláknování. Tento princip byl patentován v České republice a nyní probíhá patentové řízení pro získání evropského patentu.

## **Klíčová slova**

Vysoké napětí, dávkování plynů, přídavky do procesu, nanospider, zvláknování, 3D nanovláknenná struktura, organická nanovláknna

## **Anotation**

The dissertation deals with the construction of machines for the production of the collectors nanofibers to obtain new nanofiber structure suitable for other applications, especially in the field of filtration, and tissue engineering. The paper is an analysis of the mechanical properties of the selected material nanostructures. A series of measurement and Design of collecting collector, including additional solutions with different materials and company. Contemporary design options nanofibers in the structure of the final product have limitations given the intensity of the electrostatic field and electrostatic attraction fibers. Therefore, the use of design-driven collector is a possible way to obtain the required nanostructures with a greater range of applications in industrial environments.

For optimize a process study were developed comprehensive model simulation in the finite element method, through which the design of a structural solution with active management of the collector. The proposed design solution, the resulting realized by constructing a functional model of the collector with the possibility of active management through additional gas for the efficient production of a new three-dimensional nanostructures (3D-nano). Experiments were performed on real samples of nanostructures with statistical evaluation, where the characteristics of the new nanostructures spun from a functional model by comparison with specimens nanostructures produced by spinning current method.

The result of this dissertation is the functional model of structural configuration of an actively managed collector for the production of nanofibers creating a new type of nanostructure that nanofibres increases the usability of the application of cellular structures and filter properties of the final product. The final solution actively managed collector with the application of additional gas media is an effective method of producing nanostructures and can be directly applied to existing process equipment for electrostatic spinning. This principle was patented in the Czech Republic, and now patent pending for obtaining a European patent.

### **Keywords**

High voltage, dosing gas, allowances to process, nanospider, spinning, 3D nanofibrous structure, organic nanofibers

## **MOTIVACE**

Technická univerzita v Liberci patří mezi významná moderní výzkumná pracoviště v oblasti elektrostatických procesů, zejména pak elektrostatického zvlákňování. Jedinečnou spoluprací Fakulty strojní a firmou Elmarco a.s. vznikl projekt na výzkum uzlových prvků pro výrobu modifikované nanovlákněné vrstvy.

Motivace k řešení tématu předkládaného v dizertační práci vznikla v rámci mého působení na katedře částí a mechanismů strojů, kde jsem se zabýval vývojem a konstrukcí zařízení pro výrobu nanovláken z tavenin polymerů (MPO 1726 Taveniny), tento projekt byl úspěšně dokončen v roce 2010. Zkušenosti získané z tohoto projektu byly využity v následujícím řešení (MPO 1739 Konstrukce zařízení modifikující nanovlákněné vrstvy), obsahujícím komplexní řešení konstrukce stroje druhé generace.

Tento projekt si kladl za úkol vytvořit nové principy konstrukce, umožňující výzkum a vývoj nové nanovlákněné struktury vyráběné procesem elektrostatického zvlákňování. Nové poznatky by měly přispět k úspěšnému vyřešení otázek přídatných materiálů v procesu, působení plynů na nanovlákněnou strukturu a jejich vliv na kvalitu a vlastnosti.

## Obsah

1	Úvod .....	17
2	Přehled současného stavu řešení problematiky .....	18
2.1	Historie a současný stav poznání .....	18
2.1.1	Požadavky na konstrukci zvlákňovacího zařízení .....	19
2.1.2	Elektrostatický proces .....	19
2.1.3	Rotující části ve vysokonapěťovém elektrickém poli - pohon zvlákňovací elektrody.....	21
2.1.4	Zvlákňovací elektrody .....	22
2.1.5	Zvlákňovací vaničky .....	23
2.2	Koncepce výroby nanovláken .....	23
2.3	Proces tavení polymeru .....	24
2.3.1	Dávkovací a mísicí zařízení s udržováním hladiny .....	24
2.3.2	Zvlákňovací vanička tavenin .....	25
2.4	Závěr kapitoly .....	26
3	Cíle dizertační práce .....	27
4	Návrh zařízení pro tvorbu 3D struktury .....	29
4.1	Metoda přídavného materiálu .....	29
4.2	Testování práškové - fixírka a různé materiály .....	30
4.2.1	Použité materiály pro fixírku .....	30
4.3	Testování barvy – spreje .....	33
4.4	Konstrukce pro konvertované vertikální zvlákňování .....	37
4.5	Závěr kapitoly .....	38
5	Výchozí dostupná literatura zabývající se řešeným problémem .....	39
5.1	Současný stav kolektorů.....	39
5.2	Průmyslově používané kolektory .....	44



5.3	Závěr kapitoly .....	45
6	Chemické složení nanovláken pro vytvoření 3D struktury .....	46
6.1	Charakteristika vlastností vybraných vzorků pro řešenou aplikaci.....	46
6.2	Charakteristika PA6 .....	46
6.2.1	Charakteristika PCL .....	47
6.2.2	Příprava zvlákňovaného roztoku .....	48
6.3	Konstrukce zařízení pro výrobu nanovláken.....	49
6.4	Charakteristika vzorků .....	49
6.4.1	Lepení vzorků a jejich pokovení .....	50
6.4.2	Princip SEM zobrazení.....	50
6.4.3	ETD Everhart-Thornleyův detektor .....	51
6.4.4	Digitální formáty souboru .....	52
6.4.5	SPOT-velikost stopy.....	52
6.5	Možnosti měření a testování nanovlákněné vrstvy .....	52
6.5.1	Zkušební stroj LabTest 4.050 .....	52
6.5.2	Zařízení pro měření prodyšnosti nanostruktury .....	53
6.5.3	Průtok a prodyšnost nanomateriálu .....	54
6.6	Statistické hodnocení nanovláken a obrazová analýza .....	55
6.7	Závěr kapitoly .....	56
7	Konstrukční návrh aktivně řízeného kolektoru .....	57
7.1	Možnosti konstrukčního řešení s aktivně řízeným médiem.....	57
7.2	Návrh konstrukčního řešení aktivně řízeného kolektoru .....	59
7.3	Uložení kolektoru.....	61
7.4	Závěr .....	62
8	Výpočet nanostruktury pomocí simulační analýzy metodou konečných prvků.....	63

8.1	Výběr odpovídajícího programu MKP pro sestavení modelových simulací .....	64
8.2	Matematicko-fyzikální popis řešeného děje.....	64
8.3	Sestavení modelu MKP .....	69
8.3.1	Postup řešení.....	69
8.3.2	Definice okrajových a počátečních podmínek modelu .....	70
8.4	Výsledky modelových simulací .....	73
8.5	Závěr .....	79
9	Sestavení a testování funkčního vzorku .....	80
9.1	Měření průtoku kolektoru (optimalizace) .....	80
9.2	Závěr .....	82
10	Mechanické vlastnosti vybraných vzorků nanostruktury .....	83
10.1	Vyhodnocení velikosti pórů .....	83
10.2	Měření prodyšnosti.....	88
10.3	Vlastnosti vybraných materiálových vzorků.....	88
10.3.1	Popisná statistika (závislost prodyšnosti na tlaku) .....	95
10.4	Test vlastností polymerů .....	95
10.5	Závěr .....	98
11	Přínosy práce .....	99
11.1	Přínosy pro vědní obor .....	99
11.2	Přínosy pro praxi .....	100
12	Závěr a doporučení .....	101
	Literatura .....	106
	Seznam vědeckých a odborných publikací autora .....	108
	Příloha 1 .....	110
	Příloha 2 .....	113

## Seznam obrázků

Obr. 2.1 Jednoduché schéma elektrospinningového procesu.....	20
Obr. 2.2 Schéma vertikálního elektrostatického zařízení [11] .....	20
Obr. 2.3 Magnetická spojka .....	21
Obr. 2.4 Zvlákňovací vana s magnetickou spojkou (a).....	21
Obr. 2.5 Válcová elektroda [4].....	22
Obr. 2.6 Drátová elektroda .....	22
Obr. 2.7 Uspořádání Taylorových kuželů [1].....	23
Obr. 2.8 Princip vzniku Taylorova kužele z polymeru [4].....	23
Obr. 2.9 Proces zvlákňování z drátové elektrody [4] .....	24
Obr. 2.10 Schéma procesu zvlákňování [4] .....	24
Obr. 2.11 Automatický dávkovač granulovaného polymeru .....	25
Obr. 2.12 Zvlákňovací vanička taveniny.....	26
Obr. 2.13 Zvlákňovací vanička taveniny (boční podavač).....	26
Obr. 4.1 Návrh 3D nanostruktury.....	29
Obr. 4.2 Fixírka .....	30
Obr. 4.3 Umístění fixírky .....	30
Obr. 4.4 Vápenec (vlevo), detail 600x .....	31
Obr. 4.5 Pojivo (vlevo), detail 600x.....	31
Obr. 4.6 Bakterie (vlevo), detail 600x.....	32
Obr. 4.7 Železo (vlevo), detail 600x .....	32
Obr. 4.8 Konstrukce pro uložení sprejové láhve .....	33
Obr. 4.9 Umístění stojanu v nanolabu .....	33
Obr. 4.10 Podkladová textilie s vrstvou oleje .....	34
Obr. 4.11 Zvětšeno 150x vápenec, pojivo, bakterie, železo.....	34
Obr. 4.12 Zvětšeno 150x voda, vzduch, bez přídavku .....	35
Obr. 4.13 Zvětšeno 600x vápenec, pojivo, bakterie, železo.....	35
Obr. 4.14 Zvětšeno 600x voda, vzduch, bez přídavku .....	35
Obr. 4.15 Zvětšeno 5000x: vápenec, pojivo, bakterie, železo.....	36
Obr. 4.16 Zvětšeno 5000x: voda, vzduch, bez přídavku .....	36
Obr. 4.17 Konstrukce pro konvertované zvlákňování.....	37
Obr. 4.18 Vyrobené zařízení pro konvertované zvlákňování.....	38

Obr. 5.1 Zvlákňování na válcový kolektor [20] .....	39
Obr. 5.2 Youngův modul pružnosti [20] .....	39
Obr. 5.3 Vliv pórovitosti a uspořádání vláken na pevnost vzorků [21] .....	40
Obr. 5.4 Testované kolektory [21] .....	41
Obr. 5.5 Vliv kolektoru na strukturu [21] .....	41
Obr. 5.6 Nový typ kolektoru pro 3D textilií [22] .....	42
Obr. 5.7 Použití rotačního kolektoru a PCL [23] .....	43
Obr. 5.8 Aplikace PLC na rotační kolektor [24] .....	44
Obr. 5.9 Kolektor drátový .....	45
Obr. 5.10 Kolektor válečkový .....	45
Obr. 6.1 Základní skupiny nylonu .....	46
Obr. 6.2 Monomerní jednotka poly-ε-kaprolaktonu.....	47
Obr. 6.3 PCL pro elektrospinning .....	48
Obr. 6.4 PA6 pro elektrospinning .....	48
Obr. 6.5 Nanospider NS 500 E.....	49
Obr. 6.6 Ovládací panel nanospideru .....	49
Obr. 6.7 Princip PVD metody .....	50
Obr. 6.8 Schéma rastrovacího mikroskopu SEM .....	51
Obr. 6.9 Zkušební stroj LabTest.....	53
Obr. 6.10 Upínací přípravek.....	53
Obr. 6.11 Schéma zařízení METEFEM .....	54
Obr. 6.12 Ovládací panel METEFEM.....	55
Obr. 7.1 Varianta 1: Lokální všesměrový kolektor .....	57
Obr. 7.2 Plošný směrový kolektor.....	58
Obr. 7.3 Tangenciální tryska .....	59
Obr. 7.4 Princip funkce kolektoru na výrobu tří dimenzionální nanovláčené struktury.....	60
Obr. 7.5 3D model kolektoru.....	61
Obr. 7.6 Uložení kolektor- elektroda.....	62
Obr. 7.7 Uložení ve zvlákňovací komoře.....	62
Obr. 8.1 3D model pro metodu konečných prvků.....	70
Obr. 8.2 MKP proces konvergence. Adaptivní síťování minimalizace reziduí .....	71

Obr. 8.3 Závislost residuí na počtu konvergenčních iterací .....	72
Obr. 8.4 FEM model tlak 3000 Pa.....	74
Obr. 8.5 FEM model pro nejvyšší tlak 3000Pa- detail.....	74
Obr. 8.6 FEM model pro nejvyšší tlak 2200 Pa .....	74
Obr. 8.7 FEM model pro nejvyšší tlak 2200 Pa – detail .....	74
Obr. 8.8 FEM model: průběh vektorové proudění při působícím tlaku plynu 1700 Pa .....	75
Obr. 8.9 FEM model: průběh vektorové proudění při působícím tlaku 1700 Pa ..	76
Obr. 8.10 FEM model: Průběh závislosti síly a tlaku na stlačení 3D nanostruktury .....	77
Obr. 8.11 FEM model: Průběh závislosti rychlosti proudění a hmotnostního toku na stlačení 3D nanostruktury .....	78
Obr. 8.12 FEM model: Časový průběh stlačování .....	78
Obr. 9.1 Závislost síly plynu na tlaku .....	81
Obr. 9.2 Závislost průtoku na tlaku .....	81
Obr. 9.3 Siemens SITRANS.....	81
Obr. 9.4 Kapalinový průtokoměr .....	81
Obr. 9.5 Instalovaný kolektor v NS- 500E.....	82
Obr. 10.1 Feretův průměr disperzních částic .....	84
Obr. 10.2 Ukázka měření nanostruktury .....	84
Obr. 10.3 Kalkulace celkového průměru pórů .....	85
Obr. 10.4 Graf PA6 - velikosti pórů.....	87
Obr. 10.5 Graf PCL- velikosti pórů.....	87
Obr. 10.6 Měřicí zařízení METEFEM .....	89
Obr. 10.7 Nanostruktura upnutá v hlavici .....	89
Obr. 10.8 Standardní nanostruktura .....	89
Obr. 10.9 Nanostruktura s použitím kolektoru.....	89
Obr. 10.10 Detail tlakem ovlivněné struktury .....	90
Obr. 10.11 Detail vnitřní struktury .....	90
Obr. 10.12 Experimentální měření PA6 .....	91
Obr. 10.13 Exp. část – nanostruktura (vlevo); Detail (vpravo): a) PA6, b) PCL..	92
Obr. 10.14 Experimentální měření PCL.....	93

Obr. 10.15 Korelace výsledných hodnot PA6 .....	94
Obr. 10.16 Korelace výsledných hodnot PCL.....	94
Obr. 10.17 LABTEST 4.050 .....	96
Obr. 10.18 Upínací zařízení .....	96
Obr. 10.19 Hodnoty maximální pevnosti PCL.....	97
Obr. 10.20 Hodnoty maximální pevnosti PCL.....	97

## Seznam tabulek

Tab. 1 Hodnoty přídavného materiálu.....	36
Tab. 2 Fyzikální parametry MKP modelu .....	71
Tab. 3 Konečné hodnoty adaptivního síťování FEM .....	73
Tab. 4 Hodnoty proudícího tlaku na strukturu .....	73
Tab. 5 Výsledné hodnoty velikosti pórů .....	86

## Seznam zkratek a názvosloví

MPO		Ministerstvo průmyslu a obchodu
Nanostruktura		Souvislá vrstva nonovláken
3D		Třídimenzionální
HV		Vysoké napětí
PPs		Poly propylen (teplotně odolný)
PA6		Polyamid 6
PCL		Polykaprolakton
PVD		Fyzikální depozice vrstev
ETD		Everhart-Thornleyův detektor
SE		Sekundární elektrony
BSE		Zpětně odražené elektrony
SEM		Rastrovací elektronový mikroskop
STEP		Univerzální zobrazovací formát
MKP		Metoda konečných prvků
MHP		Metoda hraničních prvků
MDP		Metoda diskretních prvků
MKO		Metoda konečných objemů
CAD		Počítačem podporované projektování
NS LAB 500		Nanospider pro vaničky délky 500 mm
SPUNBOND		Podkladová textilie pro nanovlákná
$\rho$	[kg.m <sup>-3</sup> ]	Hustota
$\eta$	[kg/m.s]	Viskozita
$\varepsilon$	[-]	Relativní permitivita
$E$	[MPa]	Modul pružnosti
$F$	[N]	Síla
$v$	[m/s]	Rychlost
$Q_v$	[l/s]	Objemový průtok

$Q_m$	[kg/s]	Hmotnostní průtok
$A$	[m <sup>2</sup> ]	Kolmý průřez dýzy
$p_1$	[Pa]	Absolutní tlak v potrubí
$T$	[K]	Termodynamická teplota v potrubí
$k$	[-]	Poměr měrných tepelných kapacit, pro vzduch
$k=1.4$		
$R$	[J/(kg*K)]	Specifická plynová konstanta, pro vzduch $R=287$
$I$	[mA]	Proud
$p$	MPa	Tlak
$U$	[kV]	Napětí
$Q$	(m <sup>3</sup> /s <sup>-1</sup> )	Průtok vzduchu
$A$	(m <sup>2</sup> )	Plocha vrstvy kolmá ke směru toku vzduchu
$\Delta p$	(Pa)	Rozdíl tlaku před a za vrstvou – tlakový spád
$T$	(m)	Tloušťka vrstvy
$k$	(m <sup>2</sup> .Pa <sup>-1</sup> .s <sup>-1</sup> )	Koeficient propustnosti vrstvy
$Pr$	(l. m <sup>-2</sup> . s <sup>-1</sup> )	Prodyšnost
$Re_{krit}$	[-]	Reynoldsovo číslo



## 1 Úvod

Spolu se vzestupem poptávky po nanovlákených materiálech a jejich produkci vyvstala otázka optimalizace strojů, na kterých byla vlákna vyráběna. Dosavadní průmyslové stroje byly svým uspořádáním založeny podobně jako laboratorní zvlákňovací zařízení - jehlový spinner. Významného pokroku v průmyslové výrobě nanovláken dosáhli vědci na Technické univerzitě v Liberci a díky společnosti ELMARCO s.r.o. vznikl stroj na průmyslovou výrobu nanovláken s názvem NANOSPIDER. Současným cílem vývoje zvlákňovacích zařízení je hledání vhodnějšího konstrukčního řešení pro stávající technologii.

Optimalizace uzlů stroje probíhala v rámci několika projektů (MPO 1726 Taveniny), tento projekt byl úspěšně dokončen v roce 2010. Zkušenosti získané z tohoto projektu byly využity v následujícím úspěšném řešení (MPO 1739 Konstrukce zařízení modifikující nanovláknenné vrstvy).

V průběhu posledních let bylo optimalizováno mnoho uzlů stroje na výrobu nanovláknenné vrstvy například: vyhřívání vaničky s drátovou elektrodou, tangenciální magnetické spojky pohonu vaničky, odstínění mechanického pohonu z externího zdroje, vyhřívání drátové elektrody, převíjení drátové elektrody, konstrukce hlav a průvlaků, konstrukce míchacích šneků a dávkování. Částí projektu vývoje stroje Nanospider druhé generace byl vývoj 3D nanovrstvy. Tento výzkum se zabýval návrhem kolektoru s ohledem na vznik nové 3D nanovláknenné struktury. Na zvlákňovací proces a tvorbu 3D nanovláknenné struktury má vliv mnoho parametrů, zejména uspořádání a geometrie výkonných prvků stroje, chemické složení polymeru. V následující části jsou popsány některé uzly stroje mající vliv na tvorbu nanostruktury.

## 2 Přehled současného stavu řešení problematiky

V této kapitole je popsán princip stroje, funkce jednotlivých částí a mechanismů, základní konstrukční celky stroje. Je zde zachycen inovační vývoj některých uzlů stroje od prvních variant až po současný stav. Podrobně je zde vysvětlena konstrukce zvlákňujícího zařízení zajišťující výrobu nanovláknenných struktur a jejich funkčních možností. Pomocí moderních konstrukčních řešení byla vyvinuta a patentována soustava lineárních trysek pro výrobu nové nanostruktury. Ta je charakterizována vyšší prodyšností proudění vzduchu přes trysky, které má vliv na uspořádání jednotlivých vrstev 3D nanostruktury.

Okomentovány jsou jednotlivé vědecké publikace zabývající se konstrukcí kolektorů a vývojem nových nanostruktur. V publikacích jsou uvedeny nejen konstrukce, ale i modelové simulace ověřující jejich konstrukční postupy a výpočty, které jsou vhodné pro vizualizaci a studium dané problematiky.

### 2.1 Historie a současný stav poznání

V současné době probíhá na několika vědeckovýzkumných pracovištích na světě vývoj nanovláknenných struktur. Cílem vývoje je navrhnout optimální 3D nano strukturu, která by měla odpovídat geometrické a mechanické vlastnosti. Je tendence tyto struktury používat zejména pro filtry ve zdravotnictví, pro záchranné složky, armádu, pro biotechnologie, či v tkáňovém inženýrství, kde jsou využívány volné prostory k růstu kmenových buněk v nanostruktuře [1],[2] a [3]. Problémem současné konstrukce pro tvorbu 3D nanostruktur je především ve stávajícím technologickém postupu výroby nanovláken. Současné řešení výroby a sběru nanovláken vychází z aplikace první automatizované linky [4]. Profesor Jersák navázal na původní myšlenky neautomatizovaného procesu [5], který sestrojil funkční model konstrukce pro výrobu nanovláken, která byla postavena na principu systému záporné elektrody a volně zavěšeného kovového řetězu. Významného pokroku dosáhl i Formals [6], který používá pro zvlákňování rotační zápornou elektrodu určenou pro sběr hotových vláken, což je vlastně neautomatizovaný princip současného elektro-spinningového procesu konstrukce Nanospider (vyrobena firmou Elmarco v roce 2006). V současné době je používána kladná rotační elektroda drátová (s počtem drátů pět) a záporný statický kolektor.

Znovuobjevení elektrostatických procesů se ukázalo jako možný posun k produkci mikro a nanostruktur, které umožňují využití pro nové průmyslové aplikace. Již první výzkum ukázal, že touto metodou je možné cíleně získávat struktury požadovaných vlastností ve velmi

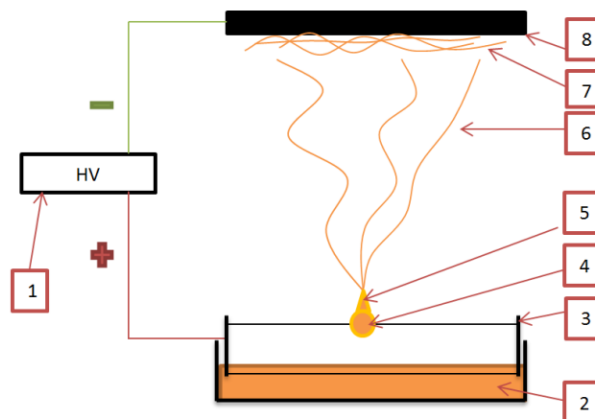
krátkém čase a v masivním měřítku. Tyto struktury mohou být tvořeny jak vlákny, tak kapičkami. Vlastnosti těchto struktur se zdály být dokonalé velmi malé rozměry stavebních kamenů protikladem obrovskému plošnému povrchu struktury. Jemná vlákna o vysokých pevnostech v tahu našla velmi rychle uplatnění jako hlukové absorbéry, filtrační a tepelně izolační materiály.

### **2.1.1 Požadavky na konstrukci zvlákňovacího zařízení**

Pro přesné vymezení pojmů a následné stanovení cílů dizertační práce, je nutné definovat základní požadavky pro technologii zvlákňování polymerů, zejména ty, které musí zařízení splňovat a vytváří tím komplexní popis problematiky. Výzkum konstrukcí pro elektrostatické zvlákňování je komplikovaný vzhledem k množství limitujících faktorů pro samostatný proces a technologii.

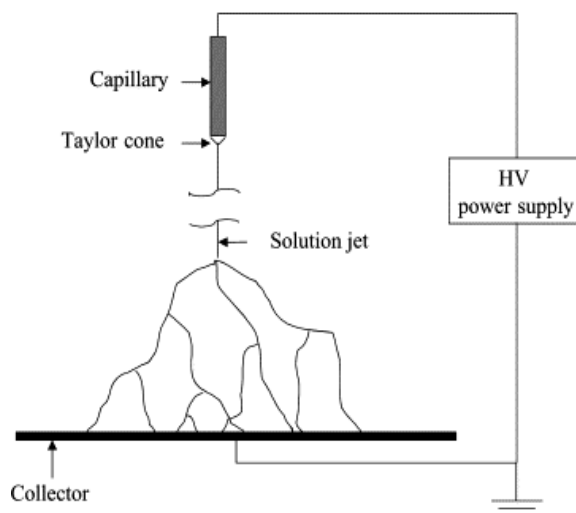
### **2.1.2 Elektrostatický proces**

Elektrospining používá silný elektrický zdroj 70-100kV (1) k výrobě vysokého napětí (HV), které je nutné ke vzniku nanovláken (obr. 2. 1). Elektrický potenciál je přiveden na spodní elektrodu jehlovou, drátovou či válečkovou (3), která je základním nabitým prvkem, jenž obsahuje rozpuštěný polymerní roztok, nebo polymerní taveninu. Jako zásobník polymerního roztoku nám slouží zvlákňovací vanička (2), která je vyrobena z materiálu odolnému kyselinám. Působení elektrického pole mezi elektrodou (3) a kolektorem (8) na polymerní kapičku roztoku (4) způsobuje překonání povrchového napětí a následný vnik tzv. Taylorova kužele (5), z jehož konce je vytahován tenký kapalinový paprsek (6). Tenký paprsek polymeru, je přitahován ke kolektoru (8) s rozdílným elektrickým potenciálem kde vzniká nanovrstva (7). Elektrostatický odpor nábojů na povrchu polymeru způsobuje zúžení průměru vlákna neboli dloužení.



**Obr. 2.1** Jednoduché schéma elektrospinningového procesu

Elektrostatické zařízení pro zvlákňování z roztoků polymerů a tavenin jsou dobře prezentovány v článkách [7], až [13]. Výsledná vlákna jsou umístěna na kolektoru, který může být pokryt například netkanou textilií. Tento proces je schematicky znázorněn na (obr. 2. 2), zobrazující kolmé zvlákňování, kde je polymer přitahován společně s gravitační silou [9]. V některých případech používáme naklopení kapiláry pro řízení toku [10], [15] a [16].



**Obr. 2.2** Schéma vertikálního elektrostatického zařízení [11]

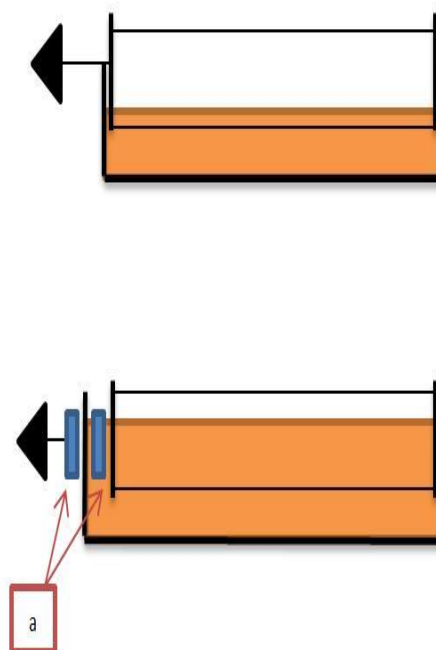
V případech použití jehlového dávkovače jsou použity horizontální kapiláry a čerpadlo je používáno k zahájení kapky, čerpadlo je také použito v případě vertikálního dávkování [8], [9], [11] a [17]. Elektroda může být vložena buď v tekutině polymeru, nebo umístěna na špičku kapiláry v případě použití stříkačky s kovovou jehlou.

### 2.1.3 Rotující části ve vysokonapětovém elektrickém poli - pohon zvlákňovací elektrody

K nanášení polymeru na povrch elektrody je potřeba zajistit její otáčení. Běžný způsob pohonu mechanických součástí v HV poli není možný z důvodu jeho přenosu v elektrických vodičích. Pohyb je nutné zajistit pomocí alternativních pohonů a to nejen z důvodu uzavřeného prostoru s vysokým napětím, možností řízného klimatizování ale i vysokým procentem kyselinových par. Rotační pohyb elektrody je možno zajistit pomocí elektromotoru napájeného oddělovacím trafem pro zařízení s vyšším zatížením, nebo magnetickou spojkou obr (2.3) a (2.4) s výkonnými magnety pro přenos sil přes vysokonapětovou izolační stěnu. Magnetismus dokáže působit i přes polymerní materiály, kterými je tvořen vnitřní obal nanospideru a jeho použitím je přenášena mechanická síla bez vlivu vysokého napětí na externí zařízení. Rotace elektrody je realizována též pomocí plastového kuželového ozubení na hřídeli, který je poháněn z externího pohonu pomocí dlouhých elektricky nevodivých hřídelů, nebo labyrintů s dostatečnou bezpečnou vzdáleností chránící motor i obsluhu stroje.



Obr. 2.3 Magnetická spojka

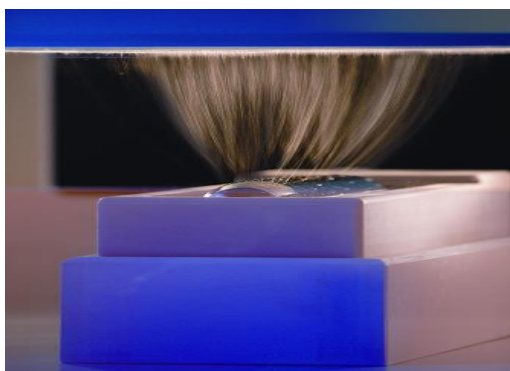


Obr. 2.4 Zvlákňovací vana s magnetickou spojkou (a)

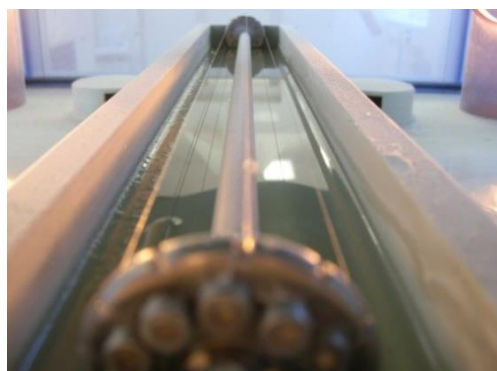
#### 2.1.4 Zvlákňovací elektrody

Pro zvýšení výkonu procesu byla nahrazena zastaralá technologie zvlákňování z jehly za **válcovou elektrodu**, na kterou je roztok polymeru nanášen rotací elektrody v polymeru. Polymer je nalit do vany, ve které se brodí válcová elektroda (obr 2.5). Válcová elektroda je vyrobena z nerezové oceli a rotací je na její povrch nabalován rozpuštěný polymer.

Válcová elektroda je v současné době stále používána např. pro velké množství anorganických polymerů rozpuštěných v lihu, u kterých vykazuje vyšší účinnost zvlákňování oproti elektrodě drátové.



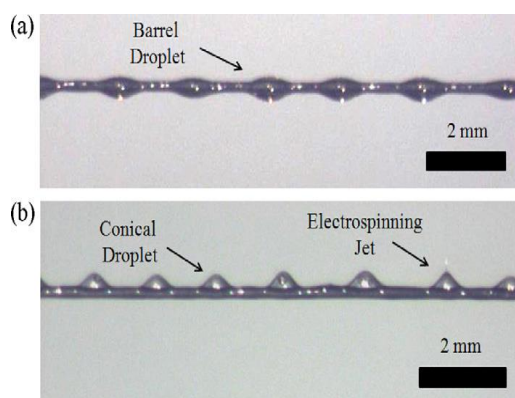
Obr. 2.5 Válcová elektroda [4]



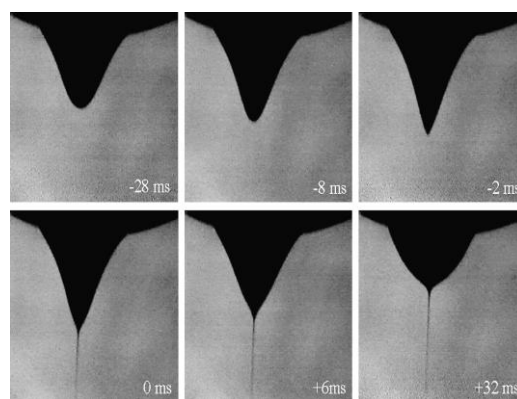
Obr. 2.6 Drátová elektroda

Pro organické polymery je použití válečku nevhodné z důvodu rozdílných fyzikálních a chemických vlastností a s ohledem na použité rozpouštědlo 99% koncentráty kyseliny octové a mravenčí. Je používána **drátová elektroda** (obr 2.6). Elektroda je založena na principu nosné hřídele osazené dvěma vodivými kotouči, které tvoří základní délku elektrody. Kotouče jsou osazeny drážkami nebo otvory určující počet drátů na elektrodě od 5 do 12 drátů. Experimentálním testováním byla zjištěna nejvyšší účinnost 5-ti drátové elektrody. Drátová upínací deska elektrody je vždy na obou koncích osazena napínáky drátů a hnací hřídel je ukončena kuželovým ozubením zajišťující rotační pohyb. Důležité je pootočení upínací desky o 10° vzhledem k základní desce pro zajištění postupného smáčení drátu do polymeru bez rázů. Dopínání drátů provádíme pomocí šroubů (obr. 2. 6).

Pro drátovou elektrodu je použitý vodivý nerezový drát průměru 0,22 mm, na kterém jsou zachytávány smáčením kapičky polymeru. Kapičky polymeru si zachovávají své pravidelné uspořádání (obr. 2. 7), pouze přivedením potenciálu dochází k jejich postupnému formování směrem ke kolektoru až do fáze vzniku Taylorova kužele (obr. 2. 8). Tento tvar je zachován až do vyčerpání celého objemu (zvlákňování polymeru) a jeho přetransformování na nanovlákná ke kolektoru, kde je přitažlivou silou zachycen na netkanou textilií (spunbond).



**Obr. 2.7** Uspořádání Taylorových kuželů [1]



**Obr. 2.8** Princip vzniku Taylorova kužele z polymeru [4]

### 2.1.5 Zvlákňovací vaničky

Zvlákňovací zařízení je opatřeno základní polypropylenovou vaničkou, která plní funkci zásobníku polymeru a je současně nosným rámem pro rotační elektrodu. Materiál vaničky musí být odolný vůči kyselině mravenčí a octové o vysoké procentuální koncentraci (až 99 %). Délku použité vaničky určuje základní rozměr kolektoru zvlákňovacího zařízení a délka elektrody z důvodu zajištění optimálního smáčení. Součástí konstrukce je také poháněcí ústrojí k zajištění potřebných otáček drátové nebo válcové elektrody z externího pohonu magnetickou spojkou. Experimentální vaničky mohou být vytvořeny z alternativních materiálů, jako jsou tvrdé druhy dřeva, bio-kompozitní materiály a ve výjimečných případech kov s povrchovou úpravou snižující elektrický potenciál.

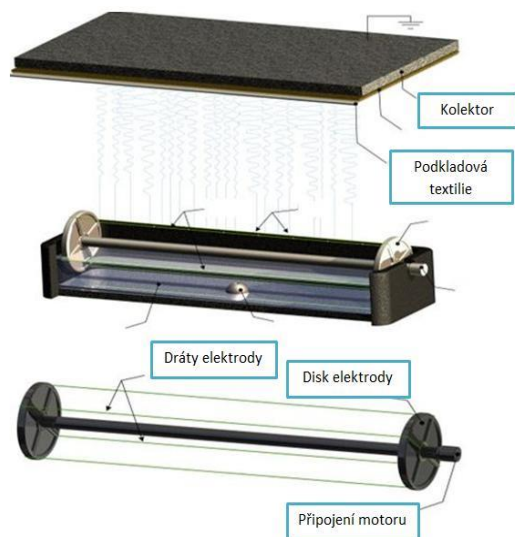
## 2.2 Koncepce výroby nanovláken

Průmyslová výroba nanovláken je dnes zaměřena na vertikální způsob zvlákňování. Zařízení je sestaveno z hlavního napájecího zdroje, který je připojen na vodivý polymer ve zvlákňovací vaničce, která se po aktivaci zdroje stává kladně nabitým společně s drátovou elektrodou v případě použití organických polymerů. Pokud je požadavek na zvlákňování anorganických polymerů, je konstrukce zachována a dochází pouze k záměně drátové elektrody za elektrodu válcovou.

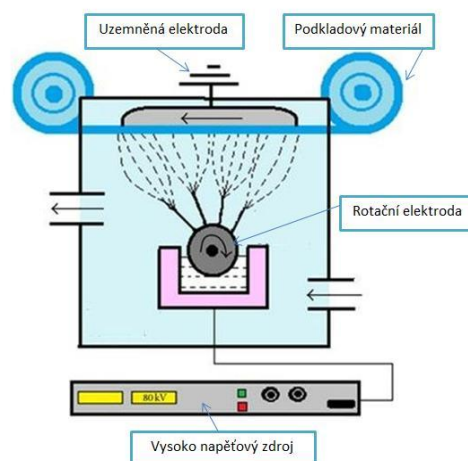
Velice důležitým parametrem je vzdálenost mezi elektrodou a kolektorem, která přímo ovlivňuje účinnost procesu a kvalitu výsledné struktury [18]. Společně s intenzitou elektrického pole je důležité sledovat vlhkost a teplotu prostředí uvnitř zařízení vyrábějící nanovlákná [19].



Pro naši aplikaci bylo použité zařízení Nanospider, jehož způsob zvlákňování polymeru z drátové elektrody je na obr. 2. 9 a celkové konstrukčního řešení je znázorněno na obr. 2. 10.



**Obr. 2.9** Proces zvlákňování z drátové elektrody [4]



**Obr. 2.10** Schéma procesu zvlákňování [4]

## 2.3 Proces tavení polymeru

V předchozích kapitolách popsané zařízení nanospider je schopno zvlákňovat polymery rozpuštěné v kyselinových roztocích o vysoké koncentraci. Důležité je připomenout také proces tavení granulovaného polymeru (taveniny), který je možno provádět v identickém zařízení při provedení drobných dále popsaných konstrukčních úprav. Granulovaný polymer umožňuje lepší manipulaci při transportu do prostoru zvlákňování, minimalizuje se znečištění nanospideru od lepivých roztoků společně s eliminováním nebezpečných výparů kyseliny mravenčí a octové. Pro zvlákňování granulovaného polymeru bylo nutné vyřešit dopravu do prostoru nanolabu společně se správným nadávkováním, roztavení na předepsanou teplotu a udržování v tekutém stavu společně s promícháváním.

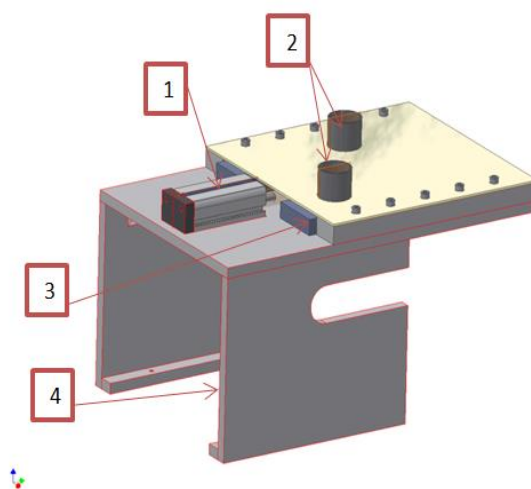
### 2.3.1 Dávkovací a mísící zařízení s udržováním hladiny

Pro automatickou dopravu neroztaveného polymeru do prostoru zvlákňování bylo vyvinuto zařízení umožňující dávkování granulátu v požadovaném množství. Nová konstrukce umožňuje využití externího zásobníku granulátu napojeného na potrubí z nevodivého materiálu prostupující stěnou zvlákňovacího zařízení až k dávkovači, který odměřuje předepsané množství. Z testovaných polymerů byl vypočítán hmotnostní poměr



granulátu pro výrobu 16g taveniny, což odpovídá spotřebě při 5ti minutách zvlákňování a 500mm dlouhé zvlákňovací vaničce. Z tohoto důvodu je zvolen větší průměr plnícího hrdla dávkovače na 30mm. Odměření probíhá horizontálně pomocí pneumatického válce.

Princip odměření dávky granulátu spočívá v lineárním posunu PPs desky [3] s vrtanými otvory 2x30mm, kdy granulát zaplní celý objem 30x15mm. Celá tato posuvná deska je přitlačována z horní části plechovým profilem [2] s přesahem příruby 2mm, který zajišťuje dostatečný přitlak s vymezením vůlí. Při jednom vysunutí pneumatické pístnice [1] dojde k vytvoření dvou oddělených dávek granulátu. Uvedení pístnice do výchozí polohy připraví novou dávku granulátu (obr. 2. 11). Dávkovač [4] je koncipován pro provoz ve vysokém napětí.

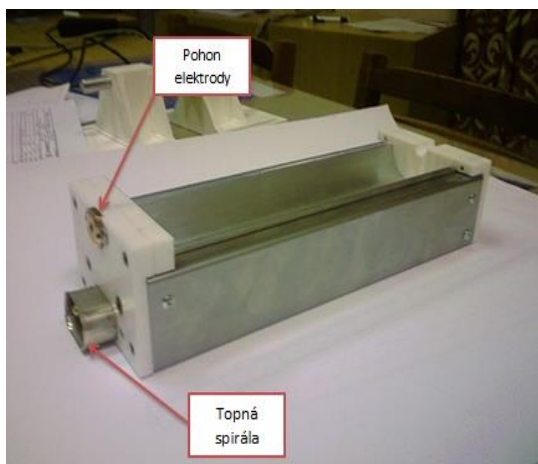


**Obr. 2.11** Automatický dávkovač granulovaného polymeru

### 2.3.2 Zvlákňovací vanička tavenin

Zvlákňovací vana pro taveniny se na první pohled konstrukčně od zvlákňovací vany pro kyselinové roztoky neliší. Značné úpravy jsou provedeny ve vnitřní části vany. Zásadní změnou je vytvoření nerezového obalu s topnou spirálou ve vnitřní části, udržující natavený polymer v rozpuštěném stavu. Topná spirála o výkonu 2000W je řízena pomocí termočlánků z důvodu optimálního nastavení teploty na hranici degradace polymeru. V průběhu vývoje tavných van bylo testováno několik druhů povrchových úprav od nerezů až po teflonový nástřík, který vykazuje nejlepší výsledky. Spodní část je opatřena teplotně odolným materiálem Sibral super s teplotou tavení 1430 °C, který dostatečně odizoluje vysokou teplotu spirály od polypropylénového tělesa nanolabu. Pokud jsou použity teploty přesahující 200°C

je spodní část zvlákňovací vany usazena na desky ze žáruvzdorného šamotu obr 2. 12. Pro zvlákňovací zařízení s vyšším výkonem jsou použité vany o délce přesahující 1 m, opatřené vaničkami pro doplňování polymeru a 2. 13.



**Obr. 2.12** Zvlákňovací vanička taveniny



**Obr. 2.13** Zvlákňovací vanička taveniny (boční podavač)

## 2.4 Závěr kapitoly

V kapitole 2.1 a 2.2 jsou uvedeny dva základní principy zvlákňování polymeru z roztoku nebo taveniny polymerů. Ze základního popisu je možné jednoduše definovat konstrukční rozdíly a změny nutné k úpravě nanolabu z výroby roztoků na výrobu z tavenin. Problematika konstrukcí nanospideru je natolik rozsáhlá, že je nutné definovat specifickou část pro její změnu a následnou optimalizaci. Práce se bude přesněji zabývat úpravou kolektoru v základním uspořádání v horní části nanospideru. Výchozím zařízením zůstává klasický nanospider NS-500-E se zvlákňovací drátovou elektrodou a roztokem kyselin s použitím polymerů PA6 a PCL, které jsou podrobně specifikovány v kapitole 5.

### 3 Cíle dizertační práce

Na základě studie a rozboru poznatků o současném stavu problematiky související s vývojem uzlových prvků zařízení a strojů na výrobu nanovláken byl stanoven hlavní cíl disertační práce – **konstrukce funkčního modelu zařízení pro 3D výrobu nanovláken vytvářející nový typ nanostruktury**, pro rozšíření použitelnosti nanovláken při aplikaci buněčných struktur a filtračních schopností výsledného produktu.

Řešení popsané v práci je svojí komplexností mezioborové, jež zahrnuje následující dílčí kroky vedoucí k cíli disertační práce a to:

- **Konstrukční materiály pro výrobu nanovláknenné struktury**

- Chemické složení testovaných nanovláken použitých pro vytvoření 3D nanostruktury
  - Studie a popis vybraných vlastností polymerů pro výrobu nanovláknenných struktur.
  - Studie zařízení pro testování a měření mechanických vlastností vybraných materiálových vzorků.

- **Testování přídatných materiálů elektrospiningu**

- Sestavení a realizace experimentu pro aplikaci přídatného materiálu
  - Návrh zařízení s tryskou pro vytvoření 3D nanostruktury
  - Konstrukce pro konvertované vertikální zvlákňování
  - Aplikace pevných částic, kapalin a plynů do procesu zvlákňování

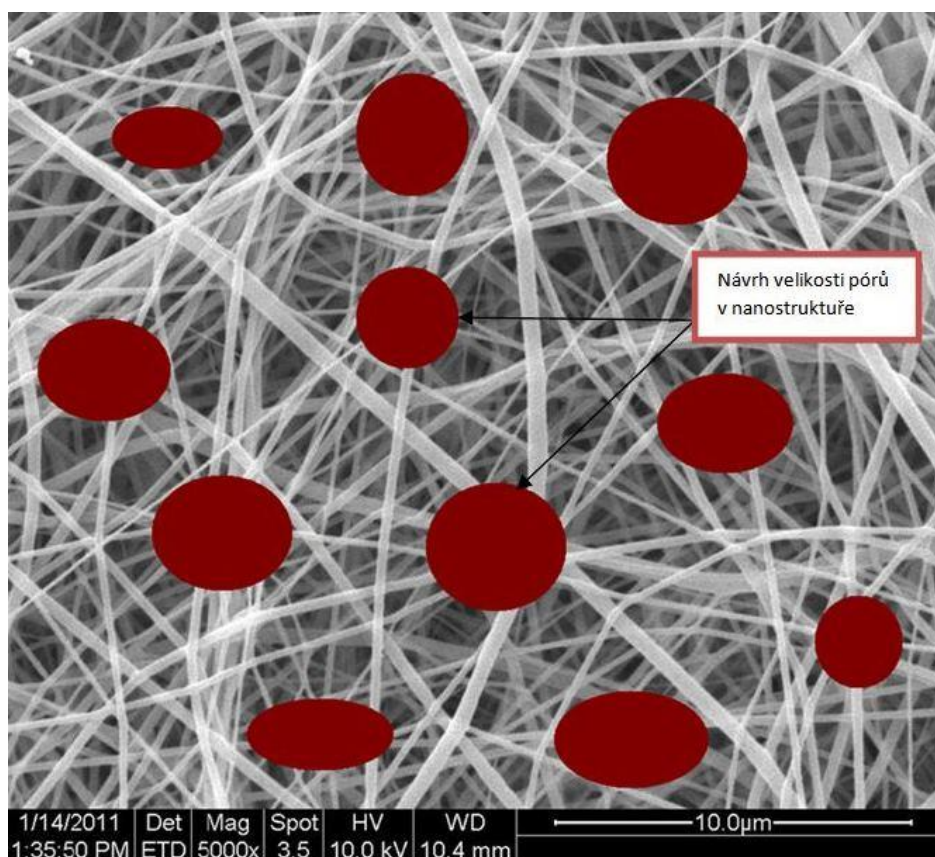
- **Konstrukce funkčního modelu aktivně řízeného kolektoru pro výrobu 3D nanostruktury**

- Konstrukční návrh aktivního řízení kolektoru
  - Studium konstrukčního uspořádání zvlákňovacího zařízení v elektrostatickém poli s ohledem na výběr a návrh konstrukčního provedení.

- Sestavení modelové simulace aktivně řízeného kolektoru v prostředí MKP pro optimalizace konstrukčního návrhu pro posouzení vlivu působícího média na povrch nanostruktury.
- Realizace funkčního modelu podle vybraného konstrukčního návrhu
- **Testování funkčního modelu aktivně řízeného kolektoru**
  - Sestavení a realizace experimentu pro měření a testování funkčního modelu
    - Návrh a realizace experimentálního měření pro vytvoření nové 3D nanostruktury.
    - Stanovení metodiky měření pro vzniklou 3D nanostrukturu, pro získání mechanických vlastností, zejména odezvy materiálu při působení tlakového vzduchu.
  - Porovnání a posouzení nové zvlákněné 3D nanostruktury
    - Provedení statistického vyhodnocení nanovláken ve vzorcích nové 3D nanostruktury s využitím obrazové analýzy
    - Vyhodnocení vybraných mechanických vlastností vzorků
    - Porovnání a posouzení vzorků nové 3D nanostruktury s nanostrukturou v současnosti vyráběné.

## 4 Návrh zařízení pro tvorbu 3D struktury

Na počátku výzkumu nebylo známo, jak má 3D nanostruktura vypadat. Proto byli požádáni biologové a lékaři o zakreslení struktury do mikroskopického snímku nanovláken. Na základě jejich představy- viz. obr. 4.1 bylo provedeno mnoho pokusů docílit této struktury.



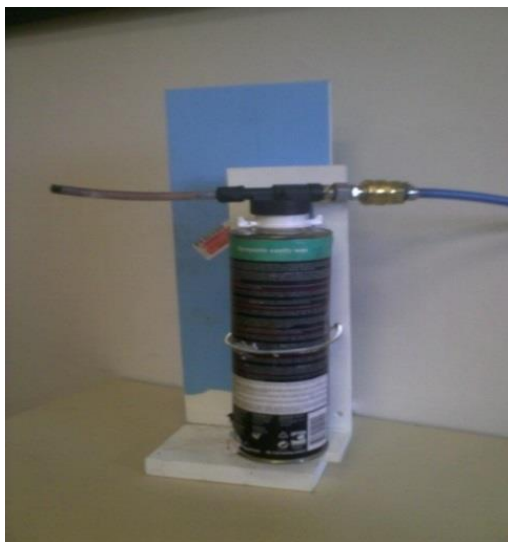
**Obr. 4.1** Návrh 3D nanostruktury

Na základě návrhu bylo rozhodnuto přidat mikro materiál do procesu tvorby nanovláken, který musí být z nanostruktury nejlépe mechanicky odstranitelný.

### 4.1 Metoda přidavného materiálu

Pro test působení přídavku na proces zvlákňování a výslednou strukturu byla vytvořena základní konstrukce, která umožňovala fixírce obr. 4. 2 a tlakové nádobě působit v prostoru zvlákňování obr 4. 3. K experimentu byl použit NS LAB 500 a vaničkou osazenou drátovou elektrodou s frekvencí otáčení 50 ot/min. Vzdálenost kolektoru s drátěným pletivem byla 180mm. Zvlákňovaným materiálem pro všechny typy přídavků byl 16% roztok PA6. Test probíhal staticky bez pohybu podkladového materiálu spunbond v časovém intervalu 1-3 min.

## 4.2 Testování práškové - fixírka a různé materiály



**Obr. 4.2** Fixírka



**Obr. 4.3** Umístění fixírky

Zařízení je ukončeno rozptylovací tryskou, které bylo nutné při testu omezit rozptyl s ohledem na vyrobená vlákna, která jsou působením vysokého tlaku trhána od podkladové textilie. Pro následující testy je vstupní tlak omezen z 0,6 MPa redukčním ventilem na hodnotu 0,2 MPa.

### 4.2.1 Použité materiály pro fixírku

- Test - namletý vápenec

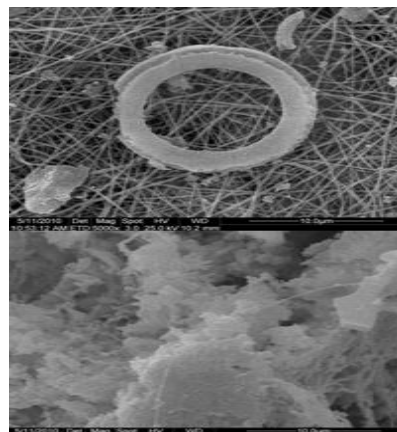
Do prostoru zvlákňovacího zařízení byl vháněn vápenec (obr 4. 4) jemně drcené schránky škeblí 12 $\mu$ m. Prach je rozptýlen po celé komoře a je silně zastoupen v nanosené vrstvě nanovláken. Pohledem se neprokázala statická přitažlivost prachu na kolektor.

Proud: 0,03-0,04mA

Doba testu: 3min

Vápenec se zachycuje mezi vlákny, částičky vápence napadané do roztoku neovlivňuje výslednou strukturu. Obrázky v kap. 4, zobrazují netkanou textilií s nanovláknem a snímek z elektronového mikroskopu (vpravo) s detailem přídatku v nanostruktuře.





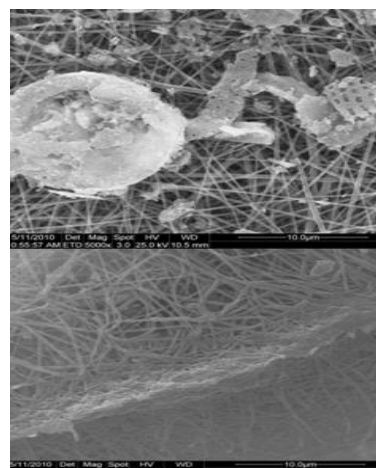
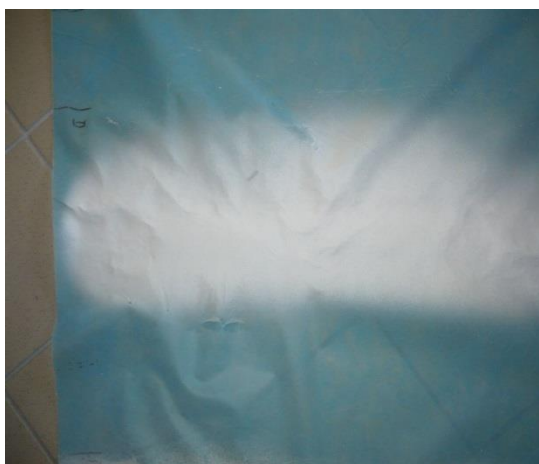
**Obr. 4.4** Vápenec (vlevo), detail 600x

- Test prášek - pojivo polyamid desetiny mm

Pojivo obr 4.5 je viditelně naneseo na tkaninu, výsledná struktura je hrubá okem pozorovatelná.

Proud: 0,04 - 0,06 mA

Doba testu: 3 min



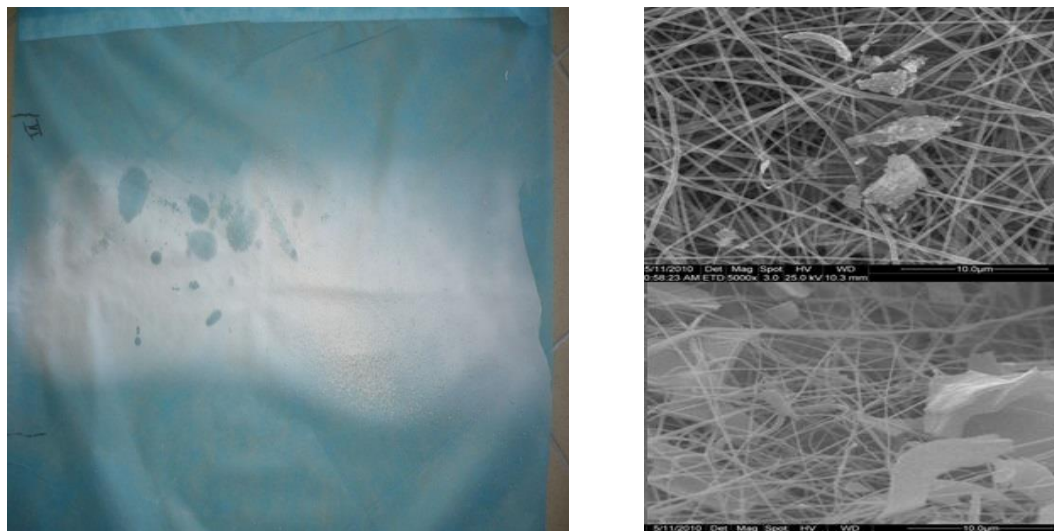
**Obr. 4.5** Pojivo (vlevo), detail 600x

- Test bakterie - prach desetiny až mm

Bakterie (obr 4. 6) vytvářejí viditelnou strukturu povrchu textilie. Granulát je natolik rozměrný, že dochází k zanesení trysky. Pro další testy je nutné opatřit menší částice prachu.

Proud: 0,04 - 0,055

Doba testu: 1min



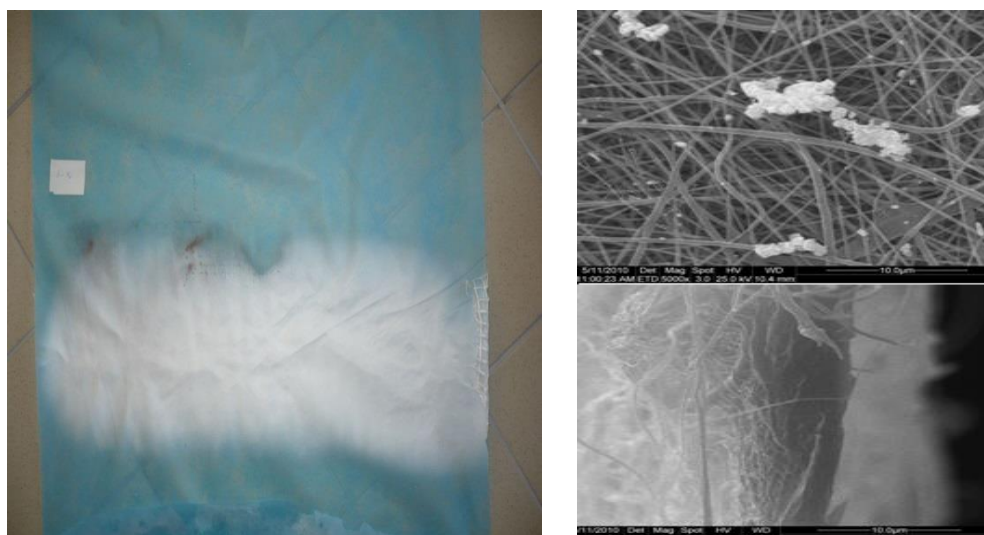
**Obr. 4.6** Bakterie (vlevo), detail 600x

- Test železa

Testování jemného práškového železa (obr 4. 7), je vhodné pro laboratorní testy s tímto materiálem. Vzhledem k možnosti odstranění železa s využitím magnetických sil.

Proud: 0,04 - 0,055

Doba testu: 0,5 min



**Obr. 4.7** Železo (vlevo), detail 600x



### 4.3 Testování barvy – spreje

Konstrukční přípravek obr 4.8 slouží k upnutí spreje v zařízení NS LAB 500 S obr 4. 9. Látka je vstřikována do prostoru pomocí pneumatického válce FESTO vstupním tlakem 0,6 MPa v krátkých časových intervalech. Připravené látky pro testování: černá barva matná, červená lesklá a silikonové mazivo. Jako hnací médium pro barvy je použit plyn butan, který společně s rozptýlenou barvou vytváří výbušnou směs, tento plyn je do barev přidáván z důvodu zamezení stárnutí barvy, proto je obtížné použití jiného hnacího plynu. Finální rozhodnutí vedlo k vyřazení obou barev z důvodu znečištění LABu. Silikonové mazivo je tlakováno pomocí stačeného vzduchu, ten je pro naši aplikaci výhodný z důvodu nevytváření výbušné směsi v rozptýleném stavu. Bohužel stlačený vzduch není schopen vytvořit dostatečný tlak pro kvalitně rozptýlenou směs jako butan použitý u barev. Na podkladové textilii je viditelné značné přesycení olejem obr 4. 10, které způsobí promazání další tkaniny při navíjení.



**Obr. 4.8** Konstrukce pro uložení sprejové láhve

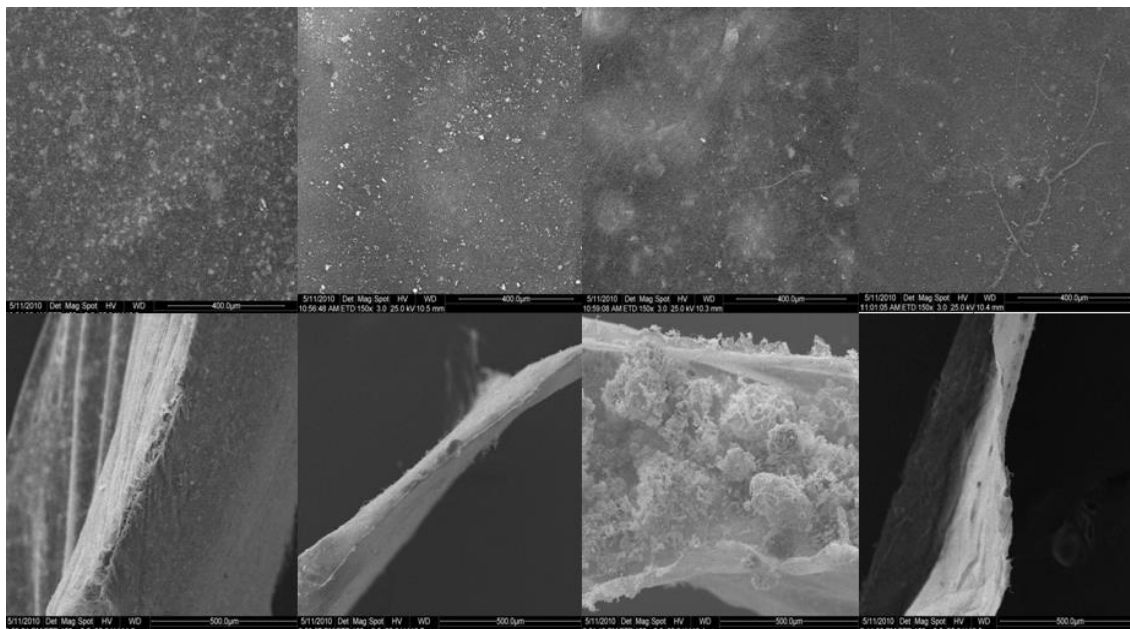


**Obr. 4.9** Umístění stojanu v nanolabu

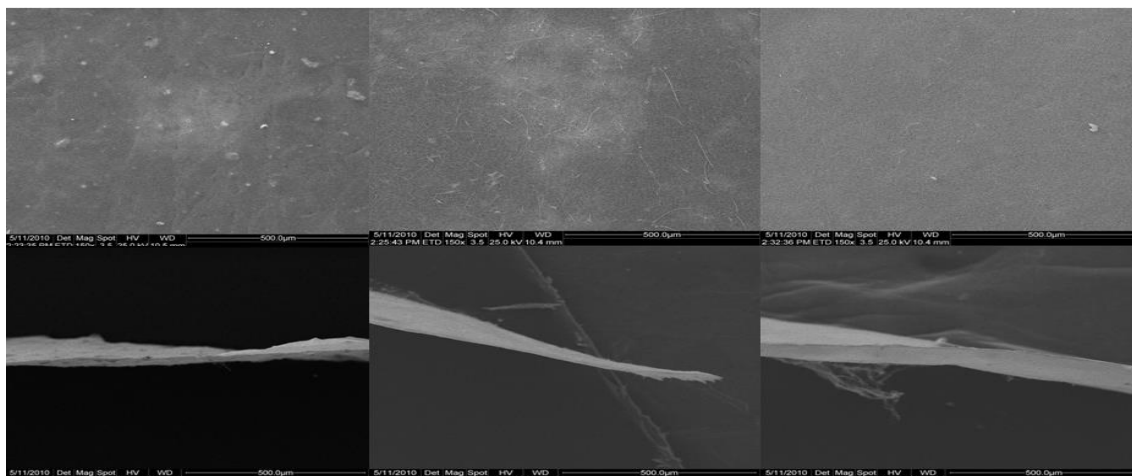


**Obr. 4.10** Podkladová textilie s vrstvou oleje

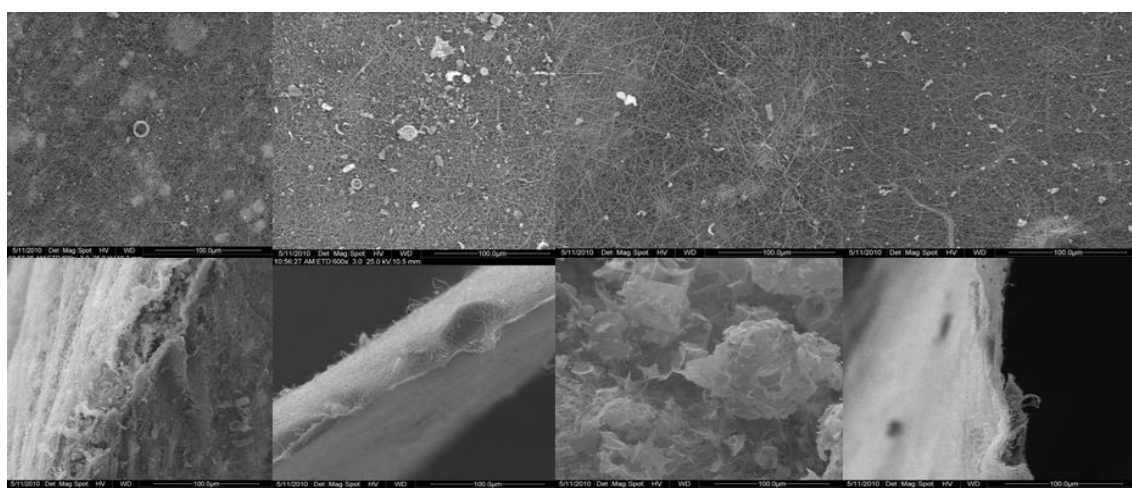
Silikonový olej způsobil silné promaštění podkladové textilie. Takto nasycená tkanina při navíjení promaže i okolní tkaninu, což je nevýhodné. Získané vzorky byly zkoumány elektronovým mikroskopem. První měření představuje strukturu vláken zvětšenou 150 krát, u které je přiřazen řez, následuje zvětšení 600x a 5000x. Na následujících obrázcích 4.11 až 4.16 jsou zobrazeny snímky z elektronového mikroskopu v tomto pořadí: Vápenec, Pojivo, Bakterie, Železo, Voda, Vzduch a bez přísady. Získané výsledky jsou uvedeny v tab. 1.



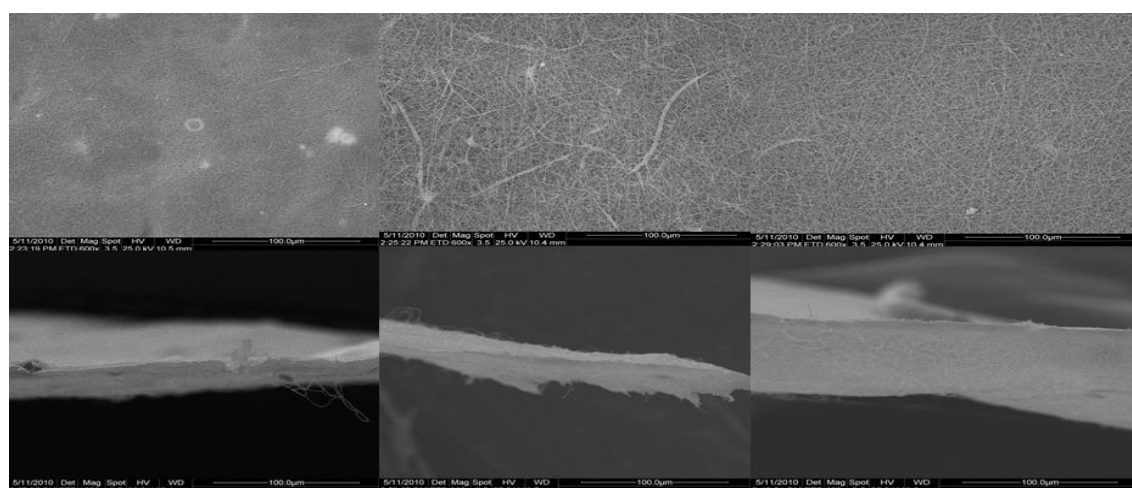
**Obr. 4.11** Zvětšeno 150x vápenec, pojivo, bakterie, železo



**Obr. 4.12** Zvětšeno 150x voda, vzduch, bez přísavky

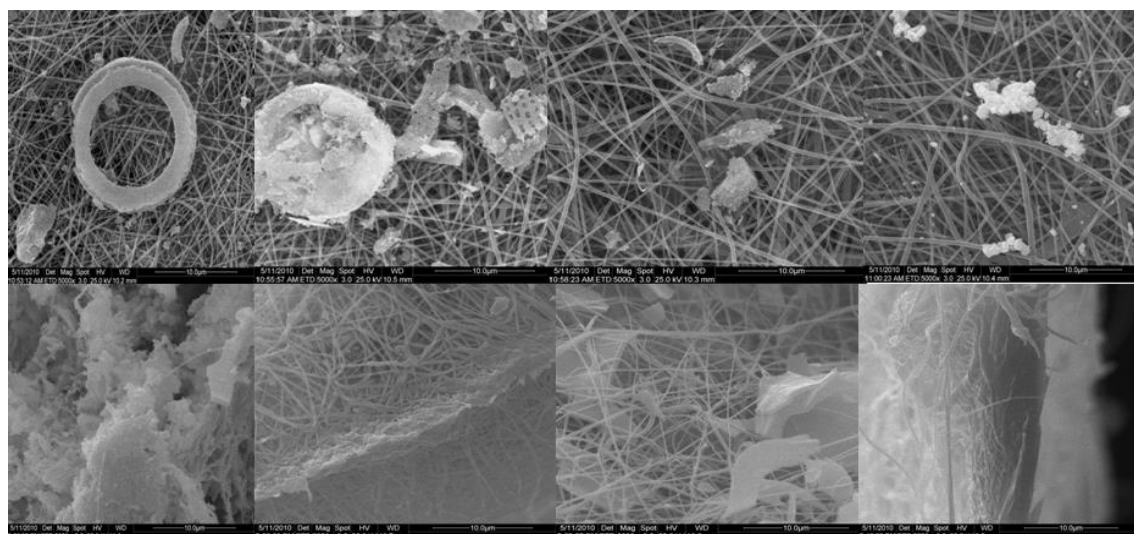


**Obr. 4.13** Zvětšeno 600x vápenec, pojivo, bakterie, železo

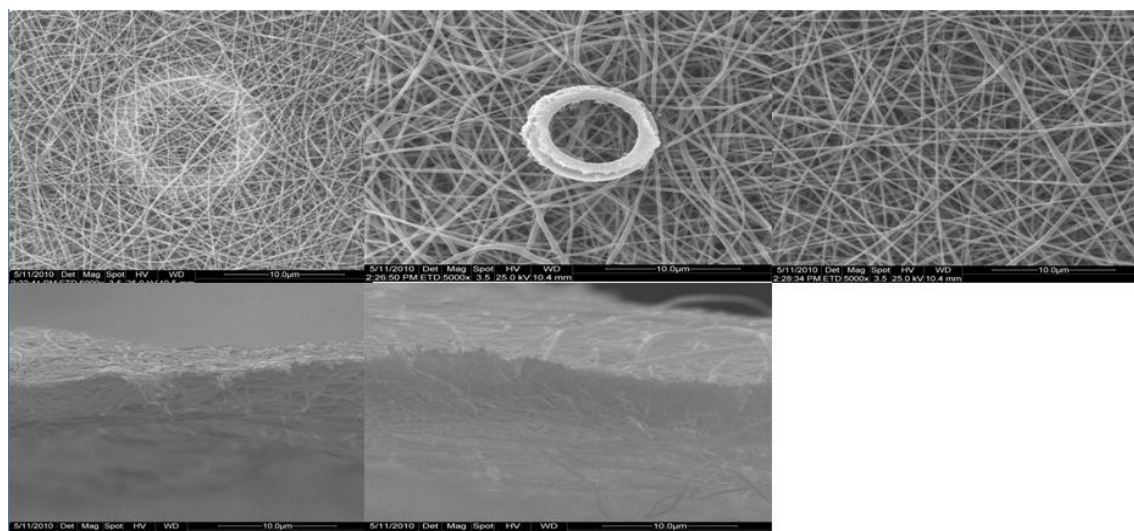


**Obr. 4.14** Zvětšeno 600x voda, vzduch, bez přísavky





Obr. 4.15 Zvětšeno 5000x: vápenec, pojivo, bakterie, železo



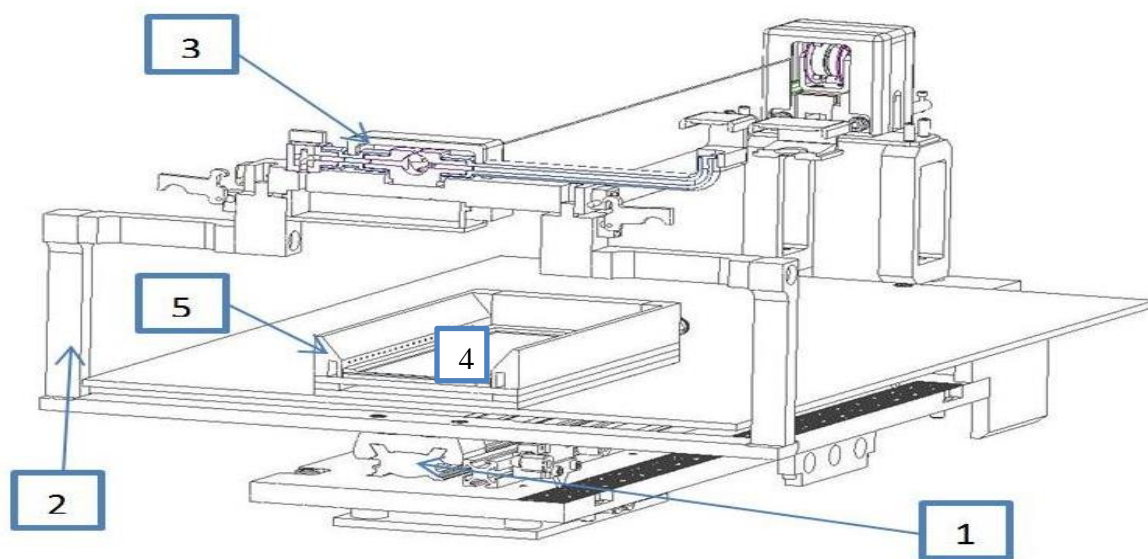
Obr. 4.16 Zvětšeno 5000x: voda, vzduch, bez přísadky

Tab. 1 Hodnoty přídatného materiálu

Vzorky	Doba měření [min]	Tloušťka [um]										Min	Max	Prům	Plošná hmotnost [gsm]
		1	2	3	4	5	6	7	8	9	10				
Vápenec	3	124	80	89	83	85	173	238	173	140	136	80	238	132,1	30,06
Pojivo	3	279	292	313	275	303	292	245	297	297	307	245	313	290	22,07
Bakterie	3	77	149	388	378	268	120	189	248	184	105	77	388	210,6	14,7
Olej	1	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
Železo	3	12	42	43	26	14	38	19	23	19	10	10	43	24,6	1,51
Voda	1	11	13	23	7	10	22	20	16	24	10	7	24	15,6	2,25
Vzduch	3	24	50	34	28	26	27	18	20	24	24	18	50	27,7	4,47
Standart	3	14	16	12	16	17	23	23	24	24	30	12	30	19,9	4,01

#### 4.4 Konstrukce pro konvertované vertikální zvlákňování

Výzkum nových typů zvlákňování byl použit pro testování vzácných plynů. Změna konstrukčního uspořádání byla zaměřena na konvertovaný způsob zvlákňování polymeru. Nová technologie přinášela mnoho nových možností využití zvlákňovaných polymerů např. aplikaci nanovláken do kapalin, ale současně nastalo mnoho problémů při řešení aplikace polymeru. Bylo nutné vyřešit pravidelné nanášení polymeru na strunu kolektoru (Ševčík 2011). Zařízení umožňuje aplikaci polymerních vláken do prostředí plynu nebo kapalin. Konstrukce na obr. 4. 17 se skládá z posuvného zařízení (1) zajišťující nepřetržitý reverzní pohyb pomocí pneumatického válce, jehož trajektorie je limitována pneumatickými ventily. Ramena (2) propojena okolo stínící desky vysokého napětí přenáší pohyb nanášecí hlavy polymeru (3). Z nanášecí hlavy je aplikován polymer na drátovou elektrodu, ze které je přitahován polymer na kovovou destičku (4), která je umístěna ve speciální nádobě (5) umožňující aplikaci kapalin a plynů s možností regulace tlaku vhánění či tlaku sycení kapaliny obr 4. 17.



**Obr. 4.17** Konstrukce pro konvertované zvlákňování

Konstrukce konvertovaného zvlákňování byla pro celkový vývoj velice důležitá z důvodu testování zvlákňování do prostředí kapalin a plynů, zajišťující vymezení některých směrů testování. Na základě konvertovaného zvlákňování bylo rozhodnuto, že bude výzkum směřován na úpravu standardního typu kolektoru.



**Obr. 4.18** Vyrobené zařízení pro konvertované zvlákňování

#### 4.5 Závěr kapitoly

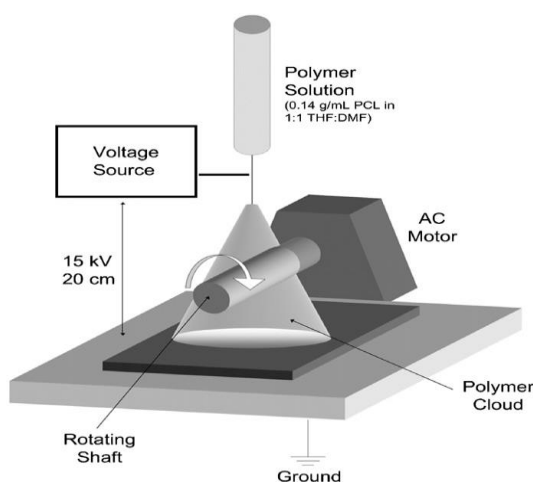
Závěrečná část v kapitole 4.1 až 4.3 popisuje konstrukce přídatných materiálů, které byly vyrobeny za účelem testování nových způsobů zvlákňování nanovláken s přídatným materiálem. Konvertované zvlákňování popsané v kapitole 4.4 umožnilo zvlákňování do kapalných a plyných látek. Testování nových konstrukcí bylo nutné pro další směr vývoje pro výrobu 3D nanovlákených struktur. Prozkoumáním současného stavu konstrukcí, lze definovat kolektor jako konstrukční část vhodnou k inovaci a optimalizaci s ohledem na komplexní rozšíření využitelnosti stroje a navýšení možností výroby nanovláken s novým typem vnitřní struktury. Navrhovaným řešením se proto může stát inovovaný kolektor s aktivním působením v procesu zvlákňování na změnu výsledné nanostruktury.

## 5 Výchozí dostupná literatura zabývající se řešeným problémem

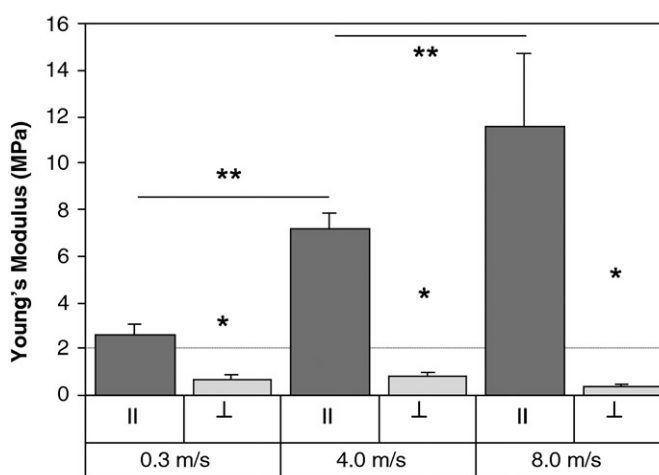
### 5.1 Současný stav kolektorů

Již v roce 1932 byly provedeny testy s rozdílnými kolektory a jejich vliv na výslednou strukturu. Pro zvýšení automatizace procesu byly postupně nahrazeny jehlové spinery novými typy elektrod a kolektorů, které zlepšují nejen účinnost procesu, ale současně produkci nanovláken. Válcové kolektory vykazují vyšší uspořádanost vláken a je proto využíván pro orientování pro daný průměr kolektoru. V kapitole jsou citováni světoví autoři zabývající se problematikou tvorby 3D nanostruktury a výzkumem kolektorů.

- Autoři **Wan-Ju Lia<sup>1</sup>, Robert L. Maucka<sup>1,2</sup>, James A. Cooper<sup>b</sup>, Xiaoning Yuana, Rocky S. Tuana [20]**, se zabývají studiem výroby biologicky odbouratelných nanovlákených struktur nanášených na rotační kolektor (obr. 5. 1). Podrobně se zabývají vlivem rotace kolektoru na uspořádání a pevnost struktury společně s využitím PCL v lékařských aplikacích. Poukazuje na výzkum izotropních vlastností 3D nanostruktury Společně s důrazem na porovnání vlastností kyseliny glykolové v poměru 50:50 produkující nanovláknenná oka která jsou při výrobě poměrně tuhá na rozdíl od nanostruktury tvořené PCL. Dokazuje, že PCL je 10x méně tužší a elastičtější v celém rozsahu. Získané vzorky jsou zkoumány na Youngův modul pružnosti, (obr. 5. 2), v závislosti na rychlosti otáčení rotačního kolektoru.



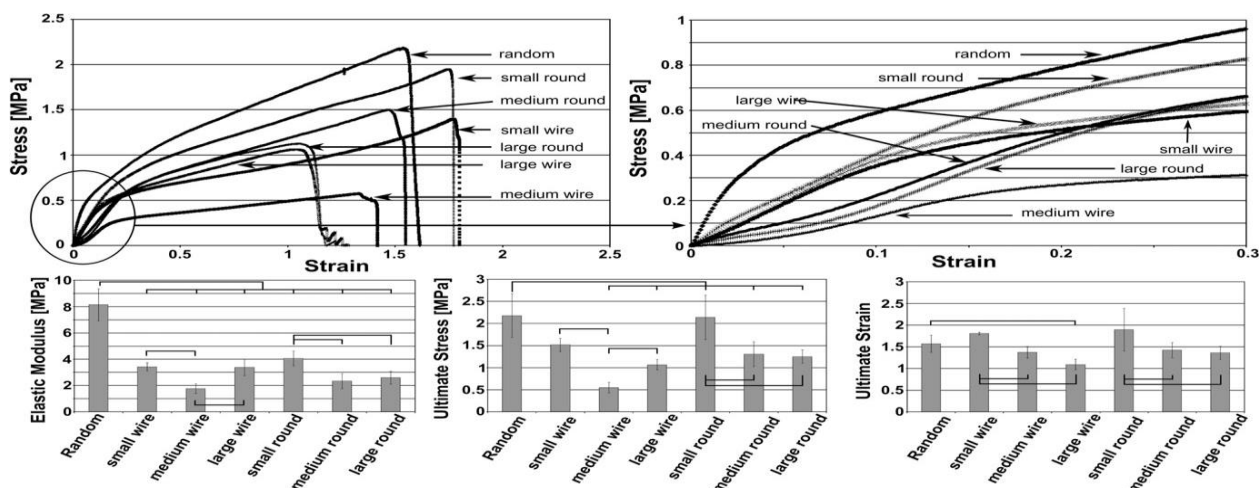
Obr. 5.1 Zvlákňování na válcový kolektor [20]



Obr. 5.2 Youngův modul pružnosti [20]



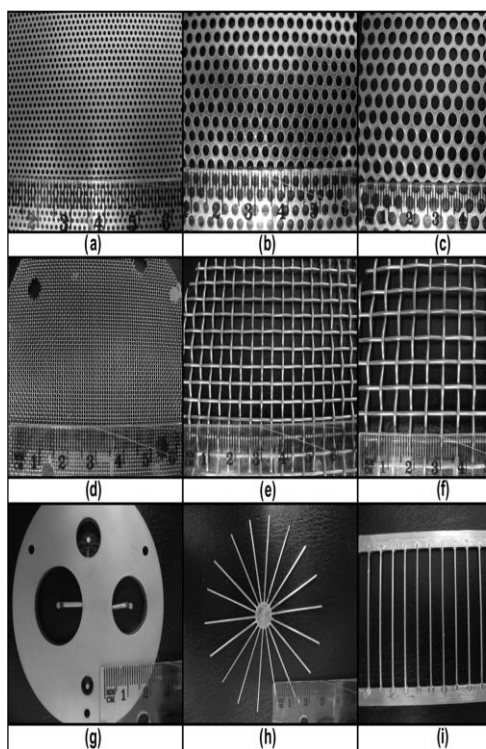
- Autoři příspěvku [21] *Cedryck Vaquette, Justin John Cooper-White* popisují výzkumnou studii vlivu vzorovaných kolektorů na velikost pórů nanostruktury. Použitím různých kolektorů došlo k rozšíření velikosti pórů proti stávající technologii elektrospiningu. Mechanické testy odhalily, že mechanické vlastnosti struktury jsou do určité míry ovlivňovány v závislosti na vzorování kolektoru. Testování prokázalo, při použití jiného kolektoru vykazovaly nanostruktury vyšší filtrovatelnost a komplexní zjemnění vláken. Pevnost jednotlivých vyrobených struktur byla testována a porovnávána se standartním typem vláken zhotovených elektrospiningem na běžně používaném kolektoru (obr. 5. 3). Tahové mechanické vlastnosti byly řešeny v kvazi-lineární zóně a rozšířeny na strukturované vzorky vyrobené pomocí speciálních kolektorů. Vzorky byly měkčí s nižší pevností v tahu způsobenou pórovitostí materiálu.



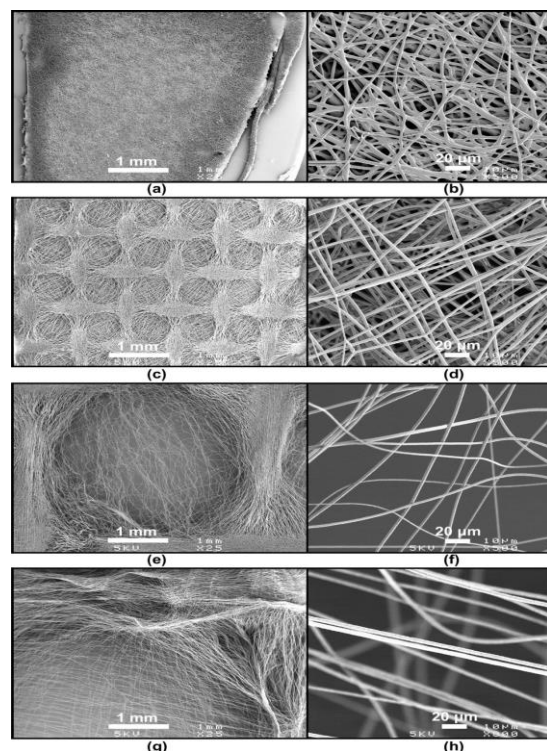
**Obr. 5.3** Vliv pórovitosti a uspořádání vláken na pevnost vzorků [21]

Příspěvek zkoumal účinky kolektorů na geometrii vlákenné orientace a nanostrukturu u 10 různých kolektorů. Tyto kolektory je možné rozdělit do několika skupin, (obr. 5. 4). První kolektor byl z hliníkového plechu bez vzoru (plochý kolektor), který produkoval náhodné vlákna. Druhá skupina kolektorů byla ze tří nerezových ok ocelových drátů o velikosti ok 0,5; 3,3 a 5 mm. Třetí kolektorová skupina, se odkazuje se na "kolektory kulaté", které byly složeny z talířů nerezové oceli, s otvory různých průměrů, 0.75, 2 a 3 mm. Další použité kolektory: "hvězda", "žebřík" a kolektor z 1 mm válce s centrálním otvorem. Poslední tři kolektory byly použity pouze pro účely vyšetřování účinků kolektoru a vlivu architektury na morfologii výsledné struktury (obr. 5. 5). Jednotlivé vzorky byly testovány při teplotě 20°C na pevnost v tahu (obr. 5. 3).





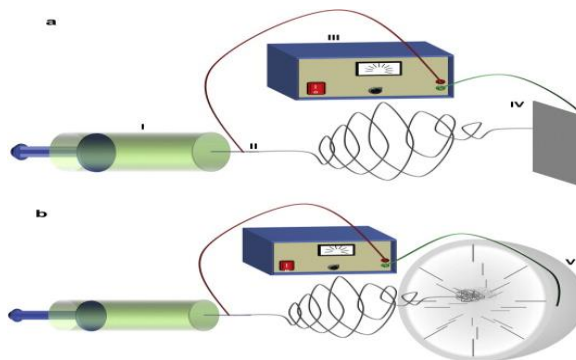
Obr. 5.4 Testované kolektory [21]



Obr. 5.5 Vliv kolektoru na strukturu [21]

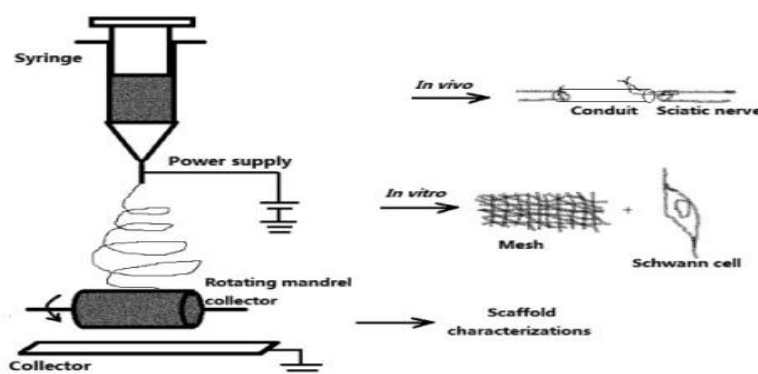
- Autoři příspěvku [22] *Bryan A. Blakeney* <sup>a,1</sup>, *Ajay Tambralli* <sup>a,1</sup>, *Joel M. Anderson* <sup>a</sup>, *Adinarayana Andukuri* <sup>a</sup>, *Dong-Jin Lim* <sup>a</sup>, *Derrick R. Dean* <sup>b</sup>, *Ho-Wook Jun* popisují limitující faktory tradičního elektrostatického zvlákňování. Nanostruktura se skládají výhradně z neprodyšně uzavřených nanovláknenných vrstev, které pouze poskytují povrchní porézní strukturu díky standardnímu procesu elektrospinningu. Tato nevyhnutelná charakteristika brání infiltraci a růstu v celém nanovláknenné struktuře. Byly provedeny četné strategie pokusit se překonat tento problém, včetně začlenění nanočástic, použitím větších mikrovláken, odebráním vložené soli nebo ve vodě rozpustných vláken pro zvýšení pórovitosti. Tyto metody však stále produkují ploché nanostruktury, nedochází k vytvoření porézního trojrozměrného materiálu s dobrou strukturální integritou. Proto byl vyvinut pŕlkulatý kolektor pro výrobu 3D nanostruktury (obr. 5. 6), která se skládá z nahromaděných nanovláken v nízké hustotě a nekomprimovaným způsobem. Namísto tradičních plochých kolektorů, se jedná o uzemněnou kulovitou misku a řadu jehel použitých k vytvoření cíleně, nízké hustoty vláken. Skenovací elektronová mikroskopie ukázala, výsledný produkt se skládá z nanovláken s podobným průměrem, ale většími póry a méně hustou struktura ve srovnání s tradičními elektrospinningovým procesem. Buňky nasazené na nanostruktuře se infiltrovaly do

struktury po 7 dnech růstu, ve srovnání s nepronikajícím růstem s tradiční technologií. Kvantitativní analýza ukázala přibližně o 40% vyšší tempo růstu buněk nad období 7 dnů, díky zvýšenému prostoru pro vnitřní růst v rámci pórovité struktury. Celkově, tato metoda ukazuje nanostrukturu, které je výhodnější pro vysoce porézní propojení a ukazuje velký potenciál při nových typech 3D nanostruktur.



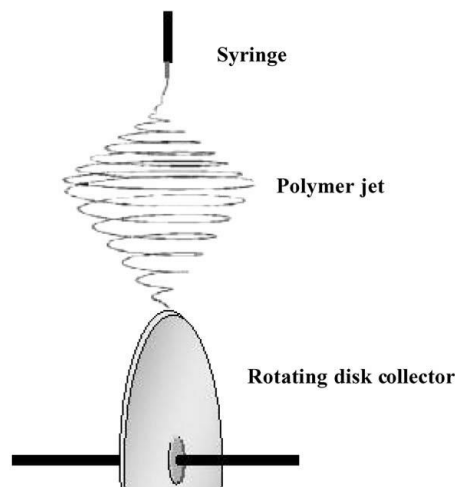
**Obr. 5.6** Nový typ kolektoru pro 3D textilii [22]

- Autoři *Yu W, Zhao W, Zhu C, Zhang X, Ye D* [23] uvádějí studii, ve které je popisován proces zvlákňování kolagenu a PCL na rotační kolektor s výzkumem vláknenných ok. Kolagen je ve vodě nerozpustná bílkovina, která je základní stavební hmotou pojivových tkání. Tvoří 25–30 % všech proteinů v těle savců, ve formě kolagenních vláken je složkou mezibuněčné hmoty. V současnosti je známo nejméně 27 rozdílných typů kolagenů. Tato struktura byla testována na regeneraci nervových buněk krys ve stádiu zralosti 4 měsíce po operaci. Implantované kolagen/PCL nervové kanály usnadnit další regeneraci prostřednictvím postupné degradace PCL. Výsledky studie prokázaly, že kombinace kolagen/PCL na nervovém vedení s upravenou rychlostí degradace vyrobena elektrostatickým zvlákňováním rotačním kolektorem je účinná (obr. 5. 7). Díky regeneraci nervů pomocí velkého povrchu pro aplikaci buněk bylo ověřeno, že vzniklé elektrosinningové vedení může najít v budoucnosti větší uplatnění v buněčné terapii pro regeneraci nervů.



Obr. 5.7 Použití rotačního kolektoru a PCL [23]

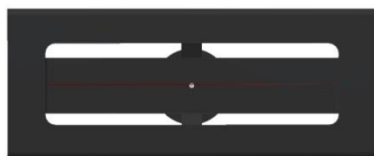
- Výsledky výzkumu autorů *C.Y.Xua,b,\**, *R. Inaic*, *M. Kotakib*, *S. Ramakrishna* [24] ukázaly, že buňky se dobře připojují a rostou postupně podél osy přiřazených nanovláken. Distribuce a organizace hladkých svalových bílkovin byly rovnoběžné se směrem nanovláken. Výsledky práce naznačují, že dochází k souladu biologického materiálu s výhodami syntetické biodegradabilního polymeru v nanometrovém rozměru, který napodobuje přirozené prostředí pro aplikaci cévních struktur. Struktury nanovláken mohou představovat ideální konstrukci pro tkáňové inženýrství zejména pro konstrukci cév. Vzorky buněk byly aplikovány s kulturačním roztokem s intervalem 3 denní výměny séra. Kultury byly udržovány ve zvlhčeném inkubátoru při teplotě 37°C do okamžiku, kdy růst buněk dosáhl 80-90% objemu séra. Zarovnání struktury nanovláknenné struktury vhodnou pro růst buněk, bylo řešeno pomocí využití rotujícího diskového sběrače (průměru 200 mm), s ostrým okrajem, jak je znázorněno na (obr. 5. 8). Lineární rychlost rotujícího disku na okraji byla stanovena na 11 m/s. Výzkum poukazuje na využití biodegradabilních PCL nanovláken a růstových buněk.



Obr. 5.8 Aplikace PLC na rotační kolektor [24]

## 5.2 Průmyslově používané kolektory

V současnosti je používáno několik typů kolektorů při výrobě nanovláken, mezi které patří kolektor drátový. Drátový kolektor je uložen v horní části nanospideru s možností změny výšky uložení od zvlákňovací elektrody. Změna výšky je nutná pro optimální nastavení zařízení v závislosti na druhu použitého polymeru a nastavenému výkonu. Drátový kolektor obr. 5. 9 se skládá z nosného polypropylénového rámu a dvou centrovacích kol pro napínání drátu. Mezi nesporné výhody patří jednoduchost konstrukce a nízká hmotnost celého kolektoru. Druhým typem je kolektor válcový (obr. 5. 10) tvořený nerezovým centrálním válcem uloženým v ose zvlákňované vany. Válcový kolektor vykazuje vyšší účinnost zvlákňování na rozdíl od varianty drátové, díky větší aktivně nabitě ploše. Nevýhodou je značná hmotnost zatěžující servo-pohony pro nastavení požadované výšky kolektoru. Poznatky získané testováním kolektorů v praxi přineslo mnoho poznatků pro vývoj nového typu kolektoru.



Obr. 5.9 Kolektor drátový



Obr. 5.10 Kolektor válečkový

### 5.3 Závěr kapitoly

Kapitola 5 se zabývala rozbořem současného stavu řešení kolektorů pro zvlákňování polymerů s ukázkou aktuálně používaných částí zařízení Nanospider. V kap. 5. 1 jsou uvedeny některé publikace zabývající se náhradou kolektoru a jeho vlivu na finální produkt elektrospiningu. Následující část práce je zaměřena na úpravu a možná řešení kolektorů pro zvlákňování polymerů z kyselinových roztoků.

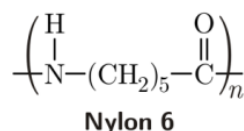
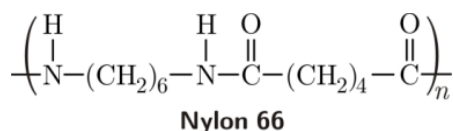
## 6 Chemické složení nanovláken pro vytvoření 3D struktury

Pro tvorbu 3D nanostruktury vhodné pro filtraci, nebo pro růst buněk je potřeba různých polymerů pro výrobu nanovláknenného materiálu. Testované materiály jsou uvedené v této kapitole. Je zřejmé, že se budou ve zvláknovacím procesu chovat odlišně. Je zde uveden podrobný popis laboratorního zařízení, na kterém byly vzorky vyráběny. Dále jsou zde uvedeny postupy zobrazování nanovláknenné struktury. Na konci jsou uvedeny možnosti mechanického měření vzniklé nanostruktury.

### 6.1 Charakteristika vlastností vybraných vzorků pro řešenou aplikaci

Pro aplikace řešené v této práci je nutné definovat základní materiály pro nanovláknenné její výrobu. V této práci se zejména využívá materiál PA6 a PCL. PA6 je nejpoužívanější a současně levným materiálem pro testování vzorků. PCL je biodegradabilním polymerem s využitím pro zdravotnické aplikace.

### 6.2 Charakteristika PA6



**Obr. 6.1** Základní skupiny nylonu

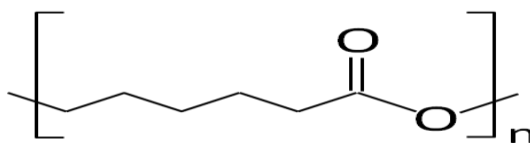
**Polyamidy (PA)** jsou lineární polymery obsahující v řetězcích amidové skupiny – CONH– (obr. 6. 1). Nejznámější a nejrozšířenější jsou polyamidy alifatické, na trhu však existují i polyamidy aromatické. Makromolekuly jsou propojovány vodíkovými můstky mezi amidovými skupinami, jejichž počet ovlivňuje krystalickou strukturu,  $T_m$ ,  $T_g$  a další vlastnosti. Aplikace polyamidů jako plastů i vláken využívají jejich vysoké houževnatosti, tvrdosti, odolnosti proti otěru a dobrých elektroizolačních vlastností. Mechanické vlastnosti jsou závislé na typu PA, molekulové hmotnosti a obsahu vody. Nasákavost polyamidů vodou je značná a roste s relativní koncentrací amidových skupin.

**Alifatické PA** lze zpracovat všemi postupy obvyklými pro termoplasty i zvlákňovat z taveniny. Lze je svařovat, lepit, potiskovat i pokovovat. K označování alifatických polyamidů byl zaveden systém, který udává počet uhlíkových atomů ve stavebních jednotkách řetězců. PA 6 je polyamid z jediného (cyklického) monomeru s 6 uhlíky ( $\epsilon$ -aminokaprolaktamu);

**Polyamid 6**,  $(\text{NH}-(\text{CH}_2)_5-\text{CO})_n$  – z cyklických laktamů má pro svoji dostupnost největší význam 6-kaprolaktam (také nazývaný  $\epsilon$ -kaprolaktam). Polymerace laktamů se uskutečňuje hydrolyticky nebo (méně často) alkalicky. Mechanismus hydrolytické polymerace 6-kaprolaktamu je zvláštním druhem stupňovité polyadice. Polyamid 6 je tvrdá, světle žlutá hmota tající při 215 až 220°C na kapalinu o velmi nízké viskozitě. Má dobré mechanické vlastnosti, nízký koeficient tření a výbornou otěruvzdornost, dobrou rázovou houževnatost a elektroizolační vlastnosti. Nevýhodou je značná navlhavost. Používá se pro výrobu vláken i jako konstrukční materiál. PA 6 se zvlákňuje z taveniny protlačováním tryskami s následným dloužením a praním (zbavování monomeru). Vyrábějí se hedvábná vlákna, stříž, kordy do pneumatik, kobercová vlákna, monofily aj. Vlákná mají značnou pevnost, odolnost proti otěru, dobře se barví, avšak mají sníženou odolnost vůči povětrnostnímu stárnutí. Polyamid 6 se používá jako konstrukční materiál pro výrobu ozubených kol a ložisek a dalších výrobků, kde se uplatní nízký koeficient tření [24].

### 6.2.1 Charakteristika PCL

Poly- $\epsilon$ -kaprolakton je biodegradabilní polyester s nízkou teplotou tání 60°C a teplotou zesklenní přibližně -60°C. Je částečně krystalický se stupněm krystalinity okolo 50 % . Jeho nízká teplotní stabilita je pravděpodobně největší nevýhodou. Je rezistentní vůči vodě, rozpouštědlům, olejům i chloru. Řadí se do skupiny alifatických polyesterů z obnovitelných zdrojů, které jsou hydrolyzovatelné díky heteroatomu kyslíku v uhlíkatém řetězci makromolekuly. Vyrábí se katalytickou polymerizací s otevřením kruhu, přičemž monomer (obr. 6. 2) poly- $\epsilon$ -kaprolakton – se získává z produktů zpracování ropy.



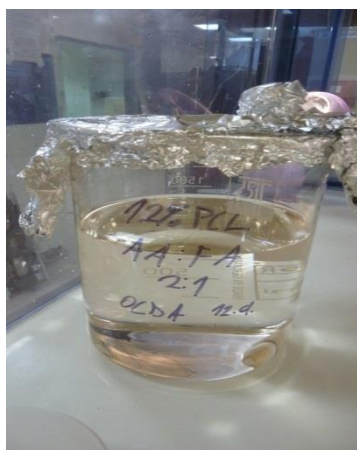
**Obr. 6.2** Monomerní jednotka poly- $\epsilon$ -kaprolaktonu



Vzhledem k pěti  $-CH_2-$  skupinám v základním řetězci se rozkládá ze všech alifatických polyesterů za mezofilních podmínek nejpomaleji. Pevnost PCL dosahuje hodnoty 20 až 40 MPa. Vykazuje vysoké hodnoty prodloužení při přetrhnutí (až 700%). Kladem je lehká zpracovatelnost v důsledku nízké teploty tání. Poly- $\epsilon$ -kaprolakton byl již v roce 1986 využíván pro svou degradabilitu působením mikroorganismů převážně v oblasti obalových materiálů a také jako změkčovadlo pro polyvinylchlorid (PVC). Postupně získal značnou pozornost jako implantovatelný materiál, jelikož je degradován i hydrolýzou za fyziologických podmínek. Tento netoxický a bio-kompatibilní materiál je používán pro výrobu nosičů léčiv, vstřebatelných nití a materiálů k rekonstrukci kostí. Aby bylo možno rozšířit jeho využití v mnoha dalších aplikacích, byly pro zlepšení mechanických vlastností, zpracovatelnosti popř. i permeability samotný PCL modifikován přidavkem různých typů přísad [25].

### 6.2.2 Příprava zvlákňovaného roztoku

PA6 a PCL je dodáván ve formě malých granulí o průměru 3 mm, které jsou následně rozpouštěny v poměru 2:1 12% polymeru a 99% kyseliny mravenčí a octové. Tento poměr ředění byl optimalizován dlouhodobým testováním koncentrací polymerů a kyselin pro organické polymery. Pro rozpouštění byla směs PA6, PCL v kádince ohřívána na teplotu 60°C a míchána pomocí magnetického míchadla. Takto rozmíchaný polymer je připravený pro aplikaci do zvlákňovací vany (obr. 6. 3 a 6. 4).



Obr. 6.3 PCL pro elektrosinning

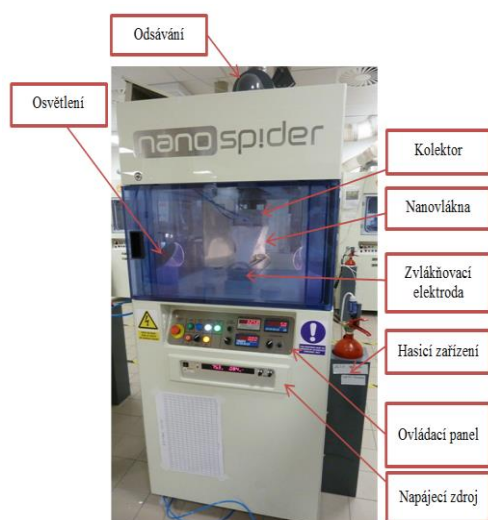


Obr. 6.4 PA6 pro elektrosinning

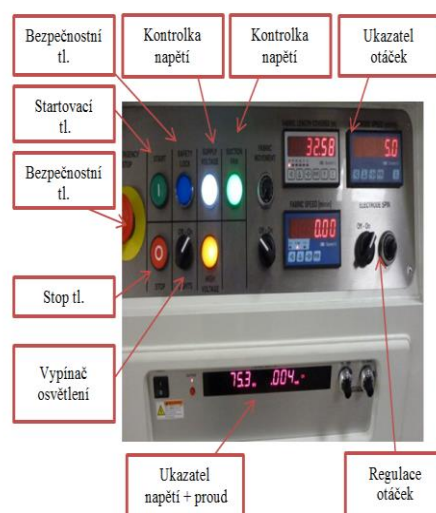


### 6.3 Konstrukce zařízení pro výrobu nanovláken

Výroba vybraných materiálových vzorků nanostruktury byla provedena na zvlákňovacím zařízení nanospider NS-500 E (obr. 6. 5). Zařízení je vyrobeno převážně z polypropylenu odolnému agresivní kyselině mravenčí a octové, další konstrukční díly jsou řešeny kombinací nerezové oceli a hliníkových profilů použitých pro základní nosný rám. Spodní část zařízení tvoří napájecí zdroj a ovládací panel (obr. 6. 6). Zdroj o výkonu do 100kV je nutný pro vytvoření dostatečně silného elektrického pole, jeho součástí je regulace napětí a proudu. Ovládací panel slouží pro kontrolu otáček, nastavení osvětlení prostoru zvlákňování, nastavení výšky kolektoru od elektrody, regulaci otáček zvlákňovací elektrody a základní bezpečnostní prvky pro nouzové vypnutí stroje a v kritickém případě aktivaci hasicího zařízení. Prostor zvlákňování je omezen pouze na zvlákňovací elektrodu s vaničkou a kolektor uchycený na horní část regulátoru výšky. Horní část nanospideru zajišťuje navíjení netkané textilie procházející přes spodní část kolektoru sloužící k odběru vyrobených nanovláken. Poslední část zařízení je odsávací ventilátor zajišťující pravidelnou výměnu vzduchu z prostoru nanolabu, obsahující vysoké procento vypařených kyselin a nanovláken.



Obr. 6.5 Nanospider NS 500 E



Obr. 6.6 Ovládací panel nanospideru

### 6.4 Charakteristika vzorků

Vzorky vyrobené nanospiderem NS-500 E byly podrobně prozkoumány na elektronovém mikroskopu. Tato část obsahuje popis mikroskopu a princip zobrazení nanovláken s převodem pořízeného snímku do elektronické podoby. Před samotným

zkoumáním mikroskopem je nutné provést důkladnou přípravu lepení vzorku a jeho pokovení pro správnou viditelnost.

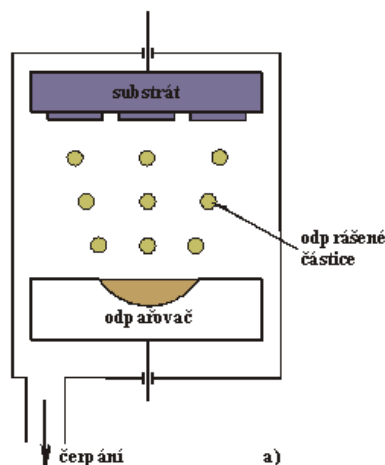
#### 6.4.1 Lepení vzorků a jejich pokovení

Dobře vysušené vzorky nanovláken je nutné nalepit na nosné terčíky a pokovit je dříve, než zpětně absorbují vlhkost.

##### Fyzikální depozice vrstev - metody PVD

Technologie PVD (Physical Vapour Deposition) mohou být s úspěchem použity nejen na součástky z oceli, ale i z hliníku a jeho slitin, z plastu a z dalších materiálů bez jejich tepelné degradace během depozice vrstvy. V současnosti jsou běžně používány v průmyslu. Dnes existuje několik základních PVD procesů používaných pro vytváření tenkých vrstev, pro nanovláknenné struktury je používaná metoda nereaktivního napařování zlata.

Princip PVD metody je schématicky znázorněn na obr. 6. 7. Napařování vrstev je založeno na odpařování materiálu ve vakuu a na kondenzaci par odpařovaného materiálu na substrátu.

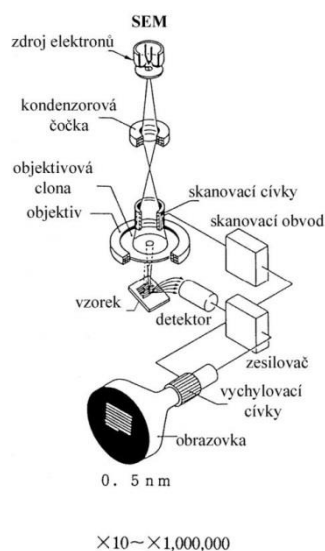


**Obr. 6.7** Princip PVD metody

#### 6.4.2 Princip SEM zobrazení

Obrazová analýza vzorků nanostruktury je podrobně zkoumána pomocí elektronových rastrovacích mikroskopů obr. 6. 8. Všechny elektronové mikroskopy poskytují finální obraz na základě shodné techniky. Primární svazek se pohybuje po povrchu vzorku v pravidelném vzoru zvaný rastr. Rastr se skládá ze série řádků v horizontálních osách X a částečně vzájemně posunutých v ose Y. Jednotlivé řádky jsou tvořeny množstvím bodů a čas, po který

svazek setrvává v jednom bodě je možno libovolně zkracovat nebo prodlužovat. Další možnosti nastavení nabízí počet řádků, které lze libovolně zvětšovat nebo zmenšovat. Výsledkem je obraz složený z pole bodů (pixelů). Manipulací s těmito faktory zobrazení lze získat obraz s nízkým nebo vysokým rozlišením. S přibývajícím počtem zobrazovacích pixelů je větší rozlišení konečného obrazu. Komplexní zobrazení je přeneseno pixel po pixelu na monitor z paměti počítače. Signál vysílaný povrchem vzorku po ozáření primárním svazkem je snímán detektorem, zesílen a použit pro nastavení intenzity odpovídajícího pixelu. Vytvořený rastr se skládá několika milionů jednotlivých pozic pixelů. Snímáním svazku je emitovaný signál vzorku v každé pozici měřen a ukládán na příslušné místo digitální paměti. Data naskenovaného vzorku je možné později použít pro změnu jejich vlastností a generování zobrazení.



**Obr. 6.8** Schéma rastrovacího mikroskopu SEM

### 6.4.3 ETD Everhart-Thornleyův detektor

Je scintilační detektor fotonásobičového typu, který snímá elektrony generované interakcemi primárního svazku s povrchem vzorku. Je trvale instalován v komoře nad vzorkem.

Pracuje ve dvou režimech: SE – sekundární elektrony,  
BSE – zpětně odražené elektrony.

#### 6.4.4 Digitální formáty souboru

Zachycený obraz lze uložit v různých digitálních formátech v závislosti na potřebné výsledné barevnosti a bitové hloubce. Obecně není důvod ukládat obraz s větší bitovou a barevnou hloubkou, než je k dispozici na původním obraze. Naproti tomu ukládání obrazu s nižší bitovou a barevnou hloubkou vede ke ztrátě informací.

#### 6.4.5 SPOT-velikost stopy

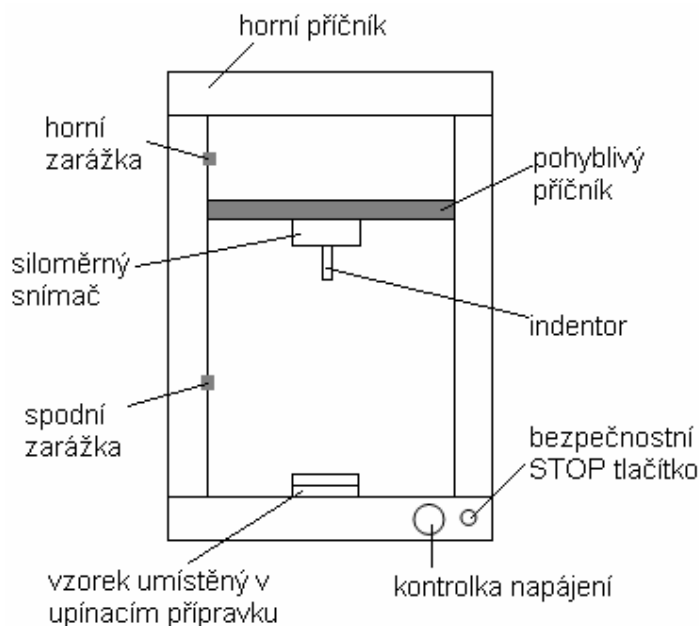
Skutečná zaostřená oblast elektronového svazku na vzorku je uváděna jako stopy. Velikost stopy má přiřazená čísla od 1 do 7. Jak plocha zaostřeného svazku, tak proud svazku vzrůstá se zvětšující se velikostí stopy. Proud svazku také závisí na aktuálním vysokém napětí a zvolené cloně finální čočky, je možné nastavit až 11 přednastavených velikostí stopy.

### 6.5 Možnosti měření a testování nanovláknenné vrstvy

V této kapitole jsou popsány dostupné a pro tuto práci využitelné měřicí zařízení umožňující měření prodyšnosti, odolnosti proti protržení pomocí indentoru a citlivého tenzometru.

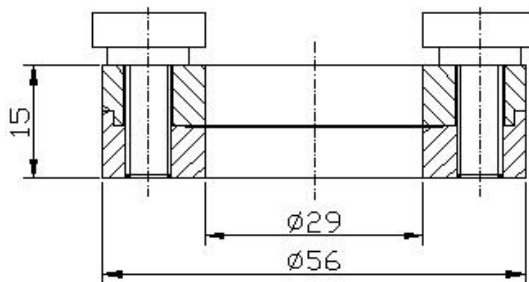
#### 6.5.1 Zkušební stroj LabTest 4.050

Zařízení LabTest 4.050 je určeno pro mechanické zkoušky v tahu, ohybu, tlaku, pro dynamické a statické namáhání vzorků. Používá se při kontrole materiálů při výstupní kontrole v širokém odvětví průmyslu, výzkumu a vývoji. Součástí stroje LabTest je vyhodnocovací software LabTest v. 3 podporující normy ČSN, DIN, EN, ISO, ASTM a jiné průmyslové standardní testovací metody. Vyhodnocená data jsou zobrazena grafickým výstupem nebo tabulkou naměřených hodnot a statistickým výpočtem.



**Obr. 6.9** Zkušební stroj LabTest

Pohyblivý příčník obr. 6. 9 dělí zařízení na horní a dolní pracovní prostor. Dolní prostor je využíván pouze pro zkoušku pevnosti v tlaku. Pro měření je použit siloměrný snímač o maximálním zatížení 5kN a průbojník průměru 5 mm, pronikající do vzorku sevřeném v upínacím přípravku obr. 6. 10. Základní rychlost posuvu průbojníku je 150 mm/min. Vyhodnocením naměřených hodnot stanovíme modul pružnosti E.

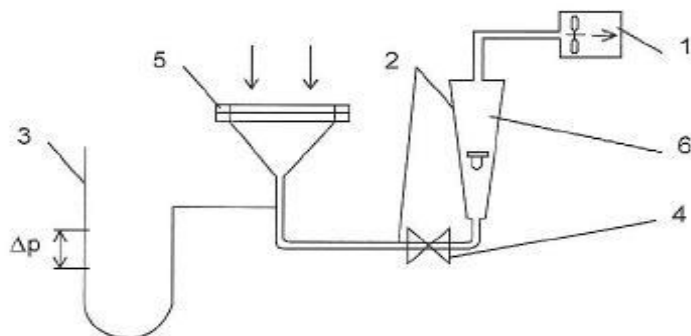


**Obr. 6.10** Upínací přípravek

### 6.5.2 Zařízení pro měření prodyšnosti nanostruktury

Pro měření prodyšnosti nanostruktury byl použit přístroj Metefem FF – 12/A schéma obr. 6. 11. Princip funkce spočívá v měření množství nasávaného vzduchu motorem 1, který prochází plochou zkušební vzorku nanovláken uchyceném v držáku 5 do trubice s plovákem 2. To umožňuje rotametr 6, ve kterém je umístěn plováček, který stoupá a klesá v závislosti na množství proudícího vzduchu při nastaveném tlakovém spádu. Určuje, kolik litrů

za hodinu vzduchu projde přes upnutou plochu zkoušeného nanomateriálu při tlakovém rozdílu nastaveném na manometru 3 pomocí škrtícího ventilu 4. Zkoušený vzorek byl umístěn na dolní kruhovou podložku a upnut mezi horní kruhovou čelistí 5 a deskou s otvorem o průměru 1 cm<sup>2</sup>.



Obr. 6.11 Schéma zařízení METEFEM

### 6.5.3 Průtok a prodyšnost nanomateriálu

Naměřené hodnoty objemového průtoku je třeba podle požadavků normy převést na jednotky rychlosti proudu vzduchu podle vztahu (6.5.1).

$$w = \frac{Q_v \frac{0,001[m^3]}{3600[s]}}{S_U[m^2]} = \frac{Q_v}{3,6 \cdot 10^6 \cdot S_U} \frac{[m]}{[s]} \quad (6.5.1)$$

Kde  $Q_v$  je objemový průtok v (l/hod) a  $S_U$  je upínací plocha měřeného materiálu v m<sup>2</sup>

D'Arcyho rovnice <sup>(6.1)</sup> při určování prodyšnosti vzduchu jedné a více vlákných vrstev. D'Arcyho rovnice je dána vztahem (6.5.2)

$$Q = \frac{A \cdot \Delta p \cdot k}{t} \quad (6.5.2)$$

$Q$  (m<sup>3</sup>/s) tok vzduchu,

$A$  (m<sup>2</sup>) plocha vrstvy kolmá ke směru toku,

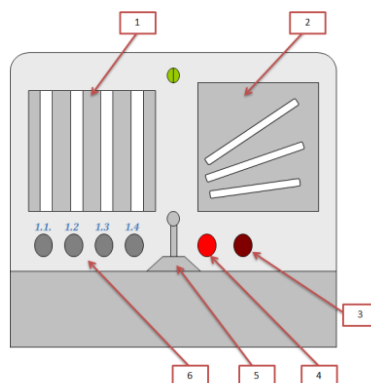
$\Delta p$  (Pa) rozdíl tlaku před a za vrstvou – tlakový spád,

$t$  (m) tloušťka vrstvy

$k$  (m<sup>2</sup>·Pa<sup>-1</sup>·s<sup>-1</sup>) koeficient propustnosti vrstvy

<sup>(6.1)</sup> D'Arcyho rovnice je zobecnění mocninné řady – zákon propustnosti (schopnost pórovitého prostředí propouštět tekutiny)  $Q = -kA \frac{dh}{dt}$   $k$  – koeficient filtrace (m/s)  $A$  – průřez vzorkem v Darcyho trubici (m<sup>2</sup>)  $h, l$  – výška vodního sloupce na obou stranách Darcyho trubice

**Prodyšnost**  $Pr$  ( $l \cdot m^{-2} \cdot s^{-1}$ ) je měřená při konstantním tlakovém spádu určeným příslušnou normou, kterou odečítáme na panelu metefem obr. 6. 12.



**Obr. 6.12** Ovládací panel METEFEM

**Legenda:**

1. průtokoměry
2. trubice pro měření tlakového spádu
3. nulovací kolečko
4. vzduchový ventil
5. páka pro upevnění vzorku
6. ventily otevírající průtokoměry

Velikost testovací plochy zařízení je 10, 20 – 50, 100  $cm^2$

Tlakový spád je v rozsahu 0 – 200 mm  $H_2O$

Rozsah průtokoměrů A: 800 – 8000 l/h

B: 120 – 1200 l/h

C: 20 – 200 l/h

D: 4– 40 l/h

## 6.6 Statistické hodnocení nanovláken a obrazová analýza

Pro charakteristiku nanostruktury je velmi důležitá velikost otvorů. K vyhodnocení velikosti nanostruktury byly použity snímky z rastrovacího elektronového mikroskopu Vega Tescan, na katedře netkaných textilií KNT Technické univerzity v Liberci. Po jejich vyhodnocení pomocí obrazové analýzy Lucia G byla získána data, ze kterých byly sestaveny pro jednotlivé sledované nanovláknenné vrstvy grafy průměrů otvorů mezi nanovláknny (kap. 10). Ke statistickému zpracování naměřených dat byl použit statistický program Excel<sup>TM</sup>,

(verze 2010). Z tohoto programu byl využit modul korelace a analýza dat s popisnou statistikou. Tímto modulem byl metodou maximální věrohodnosti hledán statistický model (rozdělení), který nejlépe popisuje data (k dispozici je celkem 20 jednorozměrných rozdělení). Testovány byly celkem dvě skupiny dat (označení: O, PA6 a PCL), které obsahují průměry otvorů v nanovlákněné struktuře, získané vyhodnocením SEM snímků nanovlákněných vrstev pomocí obrazové analýzy LUCIA G. Kompletní výsledky testů jsou uvedeny v příloze (viz. příloha č. 2).

## **6.7 Závěr kapitoly**

Kapitola 6 popisuje vybrané vlastnosti polymerů důležité pro výrobu nanovlákněných struktur. Základní polymery PA6 a PCL jsou porovnány s ohledem na chemické složení a typovou specifikaci polymeru. Základní schéma popisuje zvlákňovací zařízení nanospider NS-500-E. Zhotovené nanovlákněné struktury je nutné podrobit testování na prodyšnost, mechanické zatížení a v neposlední řadě přesnému optickému zaznamenání pomocí elektronového mikroskopu. Přesná charakteristika pomocí SEM, je možná pouze po dokonalé přípravě vzorku naprášeným zlatem metodou PVD (kap 6. 4. 1).



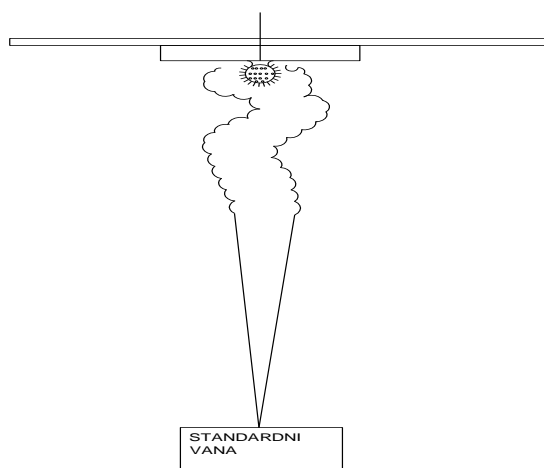
## 7 Konstrukční návrh aktivně řízeného kolektoru

Na základě stávajícího konstrukčního řešení stroje NANOSPIDER bylo nutné přizpůsobit uspořádání, tvar a rozměry nového kolektoru umožňující tvorbu nového typu nanovláknenné struktury ve vysokém napětí. Kolektor musí být uložen v horní části zařízení nad zvlákňovací vaničkou v ose zvlákňovací elektrody. Pro správnou funkci zařízení musí kolektor obsahovat elektricky vodivou část připojenou ke zdroji vysokého napětí, tlakovou nádobu, zajišťující zásobu regulovaného plynného média a činnou plochu pro ukládání nanostruktury. Na základě těchto vybraných parametrů vznikly tři návrhy možných řešení, ze kterých byla vybrána jedna varianta. Vybraný druh kolektoru byl zpracován ve 3D software INVENTOR a zpracovaný model byl podroben simulaci proudění.

### 7.1 Možnosti konstrukčního řešení s aktivně řízeným médiem

Předkládané návrhy řešení prezentují možné způsoby uložení elektricky vodivé části, která přitahuje nanovláknena ke kolektoru. Elektricky vodivá část musí být umístěna tak, aby tlak plynu působil na letící nanovláknena a došlo k přetvoření finální nanostruktury. V následujících řešeních se využívá přetlaku vzduchu ke zpomalení rychlosti nanovláken a k jejich uspořádání.

#### Varianta 1. Lokální všesměrový kolektor

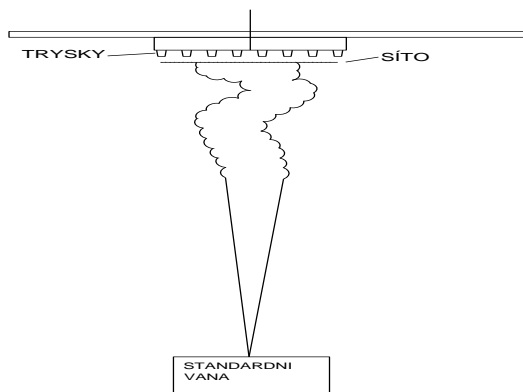


**Obr. 7.1 Varianta 1: Lokální všesměrový kolektor**

Řešení varianty 1. (obr. 7. 1) se skládá ze standardní vany nanolabu, horní kolektor tvoří pneumatická tryska z elektricky vodivé oceli, na kterou je přivedeno VN. Redukční ventil reguluje přetlak vzduchu a zároveň vytváří proud vzduchu, který je rozváděn do všech stran kolektoru. Výhody tohoto konstrukčního provedení jsou jednoduchost a malá spotřeba

plynového media (vzduchu). Nevýhody lze spatřovat zejména v možnosti ucpání otvorů pneumatické trysky proudem nanovláken a také, že nedovolí vytvořit větší množství vláken.

### **Varianta 2. Plošný směrový kolektor**

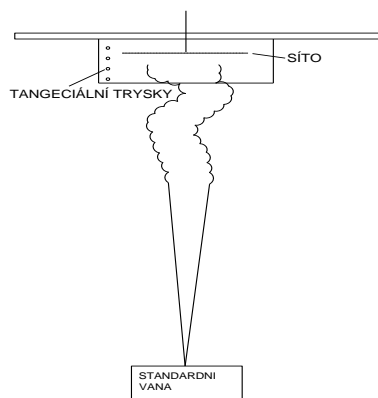


**Obr. 7.2** Plošný směrový kolektor

Nevýhody varianty 1 vedl ke vzniku **varianty 2**, která je znázorněna na (obr. 7. 2). Tato varianta rozšiřuje předchozí řešení, tím že horní záporný kolektor tvoří pole pneumatických trysek z elektricky nevodivého plastu. Před tryskami je umístěno elektricky vodivé síto, na které je přivedeno vysoké napětí. Redukčním ventilem regulovaný přetlak media vytváří proud vzduchu, jehož vektor rychlosti působí proti směru tvorby nanovláken.

V tomto řešení může nastat možnost ucpání otvorů síta nanovlákný. Nedovolí vytvořit větší množství vláken. Velká spotřeba tlakového vzduchu. Možnost ovlivnění tvorby nanovláken proudícím vzduchem.

### **Varianta 3. Kolektor s tangenciální tryskou**



**Obr. 7.3** Tangenciální tryska

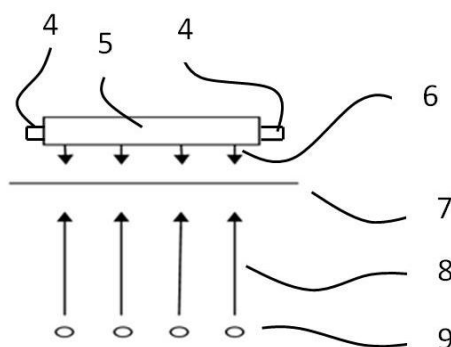
Horní kolektor tvoří pole tangenciálních pneumatických trysek z elektricky nevodivého plastu. Trysky jsou umístěny v plastové trubce (obr. 7. 3). Na dně trubky je upevněno elektricky vodivé síto, na které je přivedeno vysoké napětí. Redukčním ventilem regulovaný přetlak vzduchu vytváří rotující proud vzduchu, jehož vektor rychlosti je kolmý na směr tvorby nanovláken. K výhodám této varianty řešení patří jednoduchost, použití proudu vzduchu o velké rychlosti, minimalizace ovlivnění procesu tvorby nanovláken proudícím vzduchem, menší spotřeba vzduchu. U tohoto řešení může nastat ucpání otvorů síta nanovlákný.

Porovnáním tří navrhovaných metod s ohledem na možnost opakování děje a celkovou automatizaci procesu byla vybrána **varianta 2**, která je následně převedena do 3D modelu a podrobena simulaci.

## **7.2 Návrh konstrukčního řešení aktivně řízeného kolektoru**

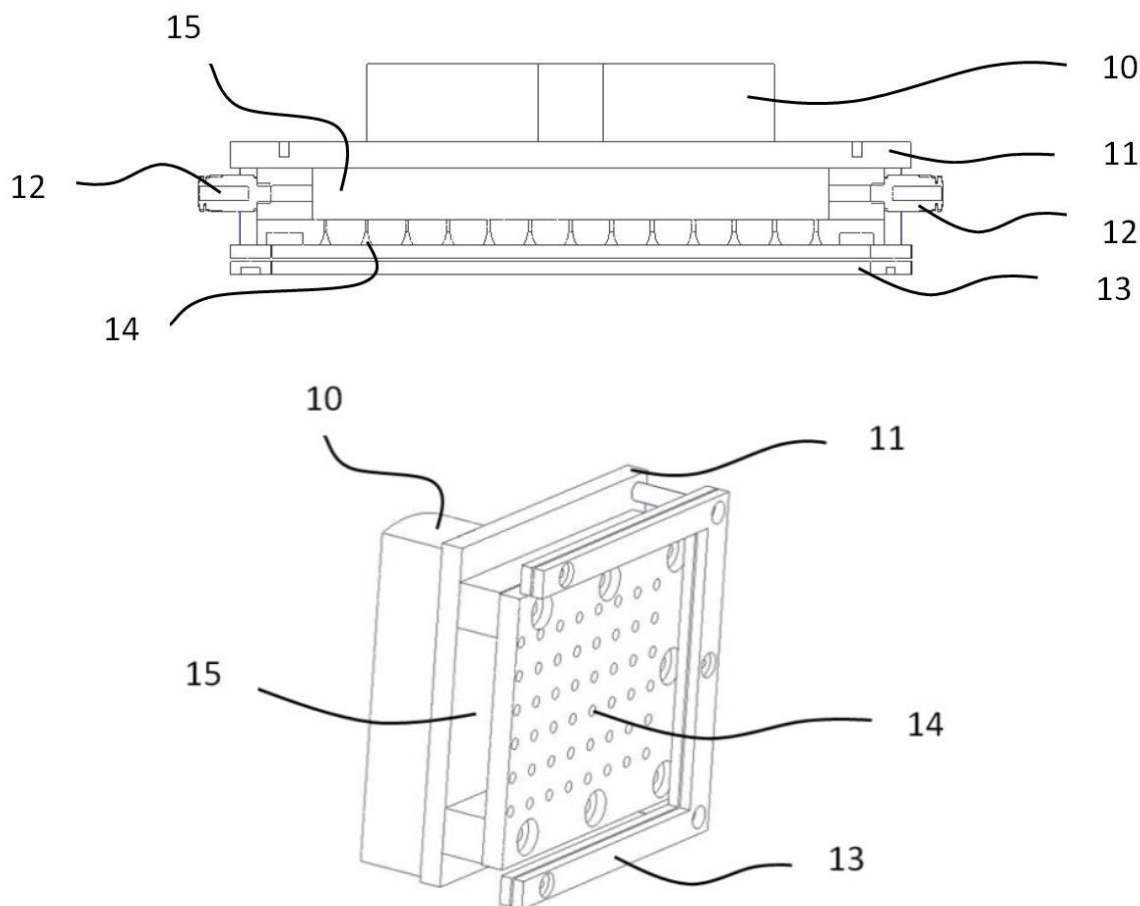
Pro realizaci simulací bylo nutné vyhotovit 3D model kolektoru vybrané varianty 2. Pro virtuální model byl použit program Inventor 2012 Professional společnosti Autodesk, umožňující převod do formátu STEP aplikovatelný na většinu simulačních programů. Zařízení je určeno pro tvorbu třídimensionální nanovlákněné struktury metodou elektrospinningu. Zařízení je určeno pro laboratorní diskontinuální výrobu textilního produktu z nanovláken v poli vysokého napětí.

Podstata technického řešení zařízení na tvorbu tří dimensionální nanovlákněné struktury metodou elektrospinningu (obr. 7. 4), jehož fyzikálním principem je působení tlakového média v procesu elektrostatického zvlákňování se silovým účinkem proti směru pohybu vláken při jejich tvorbě. Zařízení je složeno z rozvaděče tlakového média 5 do pole trysek 6, se vstupy tlakového média 4. Trysky jsou konstruovány tak, aby účinek tlakových sil působil proti směru tvorby nanovláken. Proud tlakového média z trysek prochází přes elektricky vodivou vrstvu 7 s co nejmenší ztrátou energie. Na tuto vrstvu je přivedeno elektrické napětí s rozdílným potenciálem oproti elektrodám s polymerem 9. Na vlákna 8 pohybující se od elektrody s polymerem k mřížce působí tlakové médium, které zpomalí let shluků nanovláken, urychlí vysoušení rozpouštědel a tím zvýší jejich mechanickou tuhost. Současně působí proti směru přitažlivosti elektrostatických sil mezi vlákny a kolektorem. Zařízení vytváří tří dimenzionální nanostrukturu s větším objemem a póry v celém objemu a jejich velikost závisí na množství a tlaku dodávaného plynného média.



**Obr. 7.4** Princip funkce kolektoru na výrobu tří dimenzionální nanovlákněné struktury

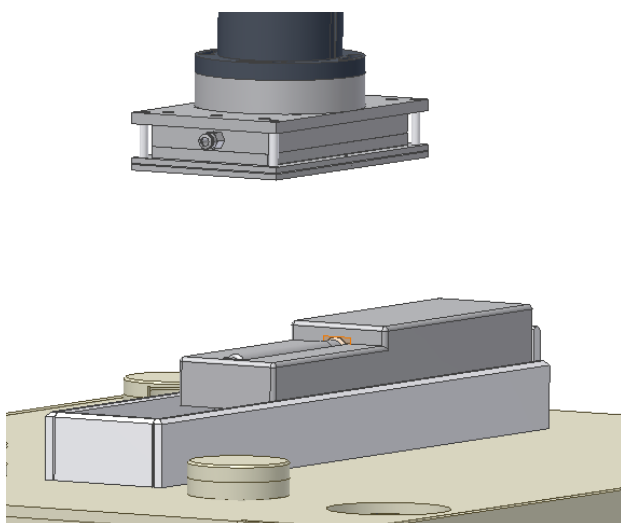
Jedno z možných řešení sběrného kolektoru pro výrobu třídimensionální nanovlákněné struktury je vyobrazeno na (obr. 7. 5). Zařízení se skládá z příruby 10, za kterou se uchycuje sběrný kolektor do stroje na výrobu nanovláken. K přírubě je přichycena krycí deska 11, která zároveň uzavírá prostor rozvaděče tlakového vzduchu 15, který rozvádí tlakový vzduch do trysek 14. Prostor rozvaděče je napájen tlakovým vzduchem přivedeným vstupem 12. Trysky jsou vyrobeny z ploché desky, do které je vyvrtaná matice otvorů se speciální geometrií tak, aby proud vzduchu jimi proudící měl co největší silový účinek proti pohybu vytvářených nanovláken. Proud vzduchu s co možná nejmenší ztrátou prochází drátěným sítím. Na drátěné síto které je v rámečku 13 přiveden elektrický potenciál a tvoří sběrný kolektor. Na síto přilne tří dimensionální vrstva nanovláken, která je následně ručně snímána.



**Obr. 7.5** 3D model kolektoru

### 7.3 Uložení kolektoru

Navrhovaný kolektor je umístěn nad zvlákňovací elektrodu (obr. 7. 6) pro zajištění nejvyšší účinnosti procesu. Horní část kolektoru je uchycena šrouby k manipulátoru, kterým je možno polohovat ve vertikálním směru dle zadaných hodnot (každý polymer vyžaduje specifické podmínky pro zvlákňování a proto je důležité provádět změnu vzdálenosti podle zvlákňovaného materiálu). Uspořádání ve zvlákňovací komoře (obr. 7. 7) s celkovým vyobrazením zvlákňovacího zařízení nanospider NS-500E, pro který bude nový kolektor dimenzován a prakticky testován.



**Obr. 7.6** Uložení kolektor- elektroda



**Obr. 7.7** Uložení ve zvlákňovací komoře

## 7.4 Závěr

Tato kapitola obsahuje některá řešení, která představují možné konstrukční varianty. Na základě zhodnocení výhod jednotlivých řešení, které byla posuzována s ohledem na další vývoj kolektoru, byla pro další zpracování vybrána varianta 2 plošný směrový kolektor (dále kolektor). Vybraná varianta kolektoru byla zpracována ve 3D aplikaci matematických simulací a fyzikálních analýz pomocí metody konečných prvků. Výhodou řešení může být možnost zvyšování produktivity. Možnosti technických řešení se silně viskózním polymerem jsou omezené vzhledem k velkému odporu vůči proudění. Proudění je třeba omezit na minimum z důvodu možného narušení souvislé hladiny ve zvlákňovací vaničce.

,

## 8 Výpočet nanostruktury pomocí simulační analýzy metodou konečných prvků

Analýzy a měření mechanických vlastností vzorků 3D nanostruktur jsou obecně omezeny, proto nemohou vypovědět okamžité rozložení a průběh deformace a silové odezvy v materiálové struktuře. Je to dáno tím, že jsou omezeny možnostmi měření, možnostmi umístění snímačů a také tím, že některé vlastnosti nelze dobře měřit (např. rozložení hlavního napětí a deformace v porézní nanostruktuře). Znalost rozložení hlavních přetvoření [42] ve struktuře je důležitá zejména pro optimalizace a výrobu navrhovaného kolektoru. Pomocí těchto znalostí by se dalo posoudit, jak se nově vznikající struktura v určitém časovém okamžiku přetváří a při jakém silovém působení. Tento případ nám umožňuje sestavení odpovídající modelové simulace pomocí numerické metody. Modelovou simulaci lze naprogramovat různými numerickými metodami např. metodou konečných prvků (MKP), metodu hraničních prvků (MHP), metodu diskrétních prvků (MDP), či metoda konečných objemů (MKO). V této práci byla využívána výhradně MKP. Mechanické přetvoření vznikající 3D nanovlákně struktury vyvolává ve vnitřní struktuře mnoho různorodých vlastností, které se mění s velikostí deformace. Při modelování takovýchto struktur a obecně při posuzování elektrostatického zvlákňování je nutno některé charakteristické vlastnosti zjednodušit či zanedbat. Autoři [41,42 a 47] také upozorňují, že velkým problémem modelování je zejména popsání děje v krátkých časových diferencích  $\Delta t = t_{i+1} - t_i$ . Řešení okrajového problému proto spočívá nejen v zadání správných okrajových podmínek a materiálových vlastností, ale také především v uspořádání a konstrukci navržené sítě konečných prvků [42]. Programy MKP jsou v současné době velmi propracované a umožňují řešení spojitého problému převést na řešení konečné, kde lze v preprocesoru pro přibližné řešení navrhnout odpovídající geometricky jednoduché dílčí podoblasti (konečné prvky).

Nechť  $\mathfrak{N} \subset R^3$  je souvislá oblast třírozměrného prostoru, ve které je problém řešen. Její hranice označme  $\Gamma$ , kde je  $\Gamma$  tzv. Lipschitzovská hranice <sup>(8.1)</sup>, necht' aproximace zvolených báзовých funkcí jsou odvozeny nad každým konečným prvkem o velikosti  $l$ , neboť jakákoli

---

<sup>(8.1)</sup> Lipschitzova hranice je podmínka kladoucí omezení na přírůstek funkce vzhledem k nějaké proměnné. Jestliže funkce  $f$  je definována na intervalu  $D \subset (-\infty, \infty)$  a existuje konstanta  $L$  taková, že platí  $f(x) - f(y) \leq L \cdot x - y$  pro všechna  $x, y \in D$ , pak se říká, že  $f$  splňuje na  $D$  Lipschitzovu podmínku a  $L$  je její Lipschitzova konstanta. Například funkce, která má na  $D$  ohraničenou derivaci, splňuje na  $D$  Lipschitzovu podmínku. Analogicky se Lipschitzova podmínka formuluje i pro obecnější zobrazení (funkce více proměnných, funkce komplexní proměnné, operátory v metrických prostorech).

spojitá funkce může být reprezentována lineární kombinací algebraických polynomů konvergujících ke spojitému řešení tj.  $\lim_{l \rightarrow 0} \rightarrow \xi \approx 1$ . Tedy MKP lze chápat jako speciální typ variační metody využívající matematického popisu k řešení problému. Současné významné komerční softwary a programy MKP (např. Ansys, Comsol Multiphysics, Permas) umožňují sestavit a následně řešit modelování elektrických polí, proudění v piezoelektrikách, stlačování izotropních i anizotropních materiálů. Obsahují široké množství nástrojů pro řešení různých problémů, které jsou popsány pomocí parciálních diferenciálních rovnic. Také umožňují s určitou přesností studovat a modelovat kvalitativně složitější problémy jakými bezesporu je modelování vektorového rozložení hybnosti přetvářené nanostruktury.

### 8.1 Výběr odpovídajícího programu MKP pro sestavení modelových simulací

V této práci byl vybrán pro všechny modelové simulace MKP program Comsol Multiphysics s modulem AC/DC Electrostatics [www.comsol.com], který je zaměřený na modelování proudění vzduchu a kapalin. Obsahuje širokou škálu nástrojů pro řešení různých problémů popsaných parciálními diferenciálními rovnicemi, metodou konečných prvků (izotropního i anizotropního prostředí). Stejně jako obdobné MKP programy Ansys, Permas využívá pro studii implicitní metodu <sup>(8. 2)</sup>. Program je postavený na Lagrangeovské formulaci přetvoření, kde jednotlivé děje při výpočtu využívá okamžitý časový krok, což lze popsat rovnicí (8.1.1).

$$\delta \mathbf{u}_{i+1} = \mathbf{u}_{i+1}^{t+\Delta t} - \mathbf{u}_i^{t+\Delta t}. \quad (8.1.1)$$

Kde  $\delta \mathbf{u}_{i+1}$  je změna vektorů posunutí uzlů v okamžitém čase  $t + \Delta t$ ,  $\mathbf{u}_{i+1}^{t+\Delta t}$  je vektor posunutí uzlů pro  $i$  tou iterací v čase  $t + \Delta t$ .

### 8.2 Matematicko-fyzikální popis řešeného děje

V procesu elektrostatického zvlákňování lze intenzitu elektrického pole [42, 53] vyjádřit jako limitní sílu působící na jednotkový náboj podle rovnice 8.2.1.

$$\vec{E} = \lim_{q \rightarrow 0} \frac{\vec{F}}{q} \quad (8.2.1)$$

---

<sup>(8.2)</sup> Program využívá tzv. h-konvergenzi výpočtu neboli zpřesňování výpočtu je docíleno tvarem použitého elementu a zvyšováním počtu elementů.



kde  $\vec{E}$  vyjadřuje intenzitu elektrického pole,  $\vec{F}$  je působící síla,  $q$  je jednotkový náboj.

Využitím intenzity elektrického pole  $\vec{E}$  můžeme stanovit elektrické napětí mezi 2 polohovými vektory  $r_1$  a  $r_2$  definované vztahem (8.2.2)

$$U = \int_{r_1}^{r_2} \vec{E} d\vec{l} = \varphi(r_1) - \varphi(r_2) \quad (8.2.2)$$

kde  $\varphi(r_i)$  vyjadřuje potenciál elektrického pole.

V látkovém prostředí (vnější okolí) definujeme vektor elektrické indukce  $\vec{D}$  popsany rovnicí 8.2.3.

$$\vec{D} = \varepsilon_0 \vec{E} + \vec{P} \quad (8.2.3)$$

kde  $\varepsilon_0$  vyjadřuje permitivitu vakua ( $\varepsilon_0 = 8,854187817 \cdot 10^{-12} \text{ F} \cdot \text{m}^{-1}$ ),  $\vec{P}$  je elektrická polarizace popsaná vztahem 8.1.4

$$\vec{P} = \varepsilon_0 \chi \vec{E} \quad (8.2.4)$$

kde  $\chi$  vyjadřuje elektrickou susceptibilitu materiálu (pro vzduch  $\chi = 0,00054$ ).

Podle rovnice 8.2.4 můžeme následně vyjádřit elektrickou indukci  $\vec{D}$  konstitutivní rovnicí 8.2.5

$$\vec{D} = \varepsilon_0 (1 + \chi) \vec{E} = \varepsilon_0 \varepsilon_r \vec{E} \quad (8.2.5)$$

kde  $\varepsilon_r$  vyjadřuje relativní permitivitu materiálu ( $\varepsilon_r = 1 + \chi$ ).

Zdrojem toku elektrické indukce je náboj resp. elektrické pole. Platí zde Gaussova věta elektrostatiky (3. Maxwellova rovnice) popisující, že tok (divergence) vektoru elektrické indukce uzavřenou plochou obklopující náboj  $q$  je úměrný množství náboje a nezávisí na tvaru plochy  $S$ , což popisuje Einsteinova sumační konvence (8.2.6).

$$\text{div} \vec{D} = \lim_{\Delta V \rightarrow 0} \frac{\int_S \vec{D} d\vec{S}}{\Delta V} \equiv \partial_i D_i \text{ resp. } \oint_S \vec{D} d\vec{S} = q \quad (8.2.6)$$

kde  $V$  je objem elektrického pole.

V elektrostatickém poli nezávisí práce, kterou vykoná náboj  $q$  po křivce, na tvaru křivky resp. pohybem po libovolně uzavřené křivce práci nekonáme, což popisuje uzavřený integrál podle rovnice 8.2.7

$$\text{rot}\vec{E} = (\text{rot}\vec{E})_i = \lim_{\Delta S_i \rightarrow 0} \frac{\oint \vec{E} d\vec{l}}{\Delta S_i} = \varepsilon_{ijk} \partial_j E_k = 0 \quad (8.2.7)$$

kde  $\varepsilon_{ijk}$  je Levi – Cíviovův permutační symbol.

Ze vztahu 8.1.8 plyne, že intenzitu elektrostatického pole  $\vec{E}$  lze chápat jako gradient potenciálu  $\phi$  popsatelný Laplace - Poissonovou rovnicí 8.2.8.

$$\text{grad}\phi = -\frac{\rho_D}{\varepsilon_0} \text{ resp. } \text{rot}\vec{E} = 0 \quad (8.2.8)$$

kde  $\rho_D$  je hustota elektrické indukce.

Energie elektrostatického pole  $W_E$  lze následně definovat dle práce vykonané přemístěním bodového náboje  $q'$  z  $\infty$  do vzdálenosti  $r$  od bodového náboje  $q$  podle rovnice 8.2.8. Což lze také vyjádřit s formulací Gaussovi věty elektrostatiky podle rovnice 8.2.9, z čehož následným derivováním objemu lze vyjádřit i objemovou hustotu energie elektrostatického pole (8.2.10).

$$W_E = -\frac{1}{2} \sum_j \phi_j q_j = \frac{1}{2} \sum_i \sum_j \frac{q_i q_j}{4\pi\varepsilon_0 r_{ij}} \text{ resp. pro jeden náboj } W_E = \frac{qq'}{4\pi\varepsilon_0 r} \quad (8.2.10)$$

$$W_E = \frac{1}{2} \int_V \text{div}(\phi \vec{D}) dV - \frac{1}{2} \int_V \vec{D}(\text{grad}\phi) dV \quad (8.2.11)$$

$$\frac{dU_E}{dV} = \frac{1}{2} \vec{D} \vec{E} \approx \frac{1}{2} \varepsilon_r \varepsilon_0 E^2 \quad (8.2.12)$$

Výsledný elektrostatický potenciál v místě  $j$ -tého náboje lze potom vyjádřit z energie elektrostatického pole 8.2.13.

$$\phi_j = \sum_i \frac{q_i}{4\pi\varepsilon_0 r_{ij}} \text{ resp. pro jeden náboj } \phi = \frac{qq'}{4\pi\varepsilon_0 r} \quad (8.2.13)$$

Pomocí uvedených vztahů lze významně modelovat vektorové rozložení elektrostatického potenciálu a stanovit přibližnou intenzitu napětí vycházející z rovnic 8.2.1 – 8.2.13. Silové působení proti pohybu nanovláken, které lze v elektrostatickém poli uvažovat a dobře regulovat bude mít charakter proudícího plynu. Takové to proudění lze obecně popsat

pomocí difúzní Laplace-Poissonovou diferenciální rovnice pro rovinou úlohu podle (8.2.14) resp. v upraveném tvaru (8.2.15).

$$\alpha \left( \frac{\partial^2 \varphi}{\partial x^2} + \frac{\partial^2 \varphi}{\partial y^2} + \frac{\partial^2 \varphi}{\partial z^2} \right) = \beta \frac{\partial \varphi}{\partial t}, \quad (8.2.14)$$

$$-\alpha \Delta \varphi + \beta \frac{\partial \varphi}{\partial t} = 0, \quad (8.2.15)$$

kde  $\varphi(r)$  je neznámá funkce popisující nestacionární působení tlaku  $P$ ,  $t$  je čas a  $\alpha, \beta$  jsou materiálové konstanty média.

Rovnice (8.1.15) je splněna v každém bodě obecně studované oblasti  $\Omega = \sum_i \Omega_i$  při předepsané počáteční podmínce, která předepisuje v čase  $t=t_0$  počáteční hodnotu resp. rozložení funkce  $\varphi|_{t=t_0}$ . Hranici  $\Gamma$  oblasti  $\Omega$  rozdělíme na dvě části  $\Gamma = \Gamma_1 \cup \Gamma_2$ , protože je nutné předepsat odpovídající okrajové podmínky pro vtok a výtok média. Důležité okrajové podmínky, které jsou nutné pro model definovat, jsou popsány rovnicí (8.2.16) a (8.2.17). Přičemž rovnice (8.2.17) vyjadřuje podle [46] Fourierův zákon o intenzitě proudění média  $i = -p$  na hranici s vnější normálou  $n$

$$\varphi - \bar{\varphi} = 0, \text{ na části hranice } \Gamma_1 \quad (8.2.16)$$

$$\alpha \frac{d\varphi}{dn} - \bar{p} = 0, \text{ na části hranice } \Gamma_2 \quad (8.2.17)$$

Kde  $\bar{\varphi}$  značí intenzitu předepsaného průběhu funkce  $\varphi$  v čase  $t$ ,  $n$  je normálový vektor směřující ven z oblasti  $\Omega$ ,  $\bar{p}$  je intenzita proudění tlaku.

Samotný průběh přetváření není znám, jsme odkázáni jen na obrazovou analýzu konečného přetvoření struktury. Nelze k tomu proto přistupovat jako v případě přetvoření jiných složitých struktur, což např. s pomocí Levenberg - Marquart algoritmu bylo využito pro sestavení vztahu pro stlačování olejnatých semen [43,47]. Při stlačování vznikající 3D nanostruktury je patrné, že se jednotlivé vrstvy stlačují a táhnou podobně jako porézní struktura zeminy při stlačování. Lze si proto představit, že takováto struktura by se mohla chovat podobně jako Winkler-Pasternakův model [48-50], který je využíván pro zatížení porézních struktur jako je prach, zeminy, bahna, jílu a jiných složitých struktur. Prostřednictvím Winkler-Pasternakova modelu lze pak přiblížit přetvoření podle rovnice (8.2.18).

$$C_1 \omega - C_2 \left( \frac{\partial^2 \omega}{\partial x^2} + \frac{\partial^2 \omega}{\partial y^2} \right) = \bar{p}_k, \quad (8.2.18)$$

kde  $\bar{p}_k$  je plošné zatížení působící na 3D nastrukturu  $C_1$ ,  $C_2$  jsou konstanty Winkler-Pasternakova modelu,  $\omega$  vyjadřuje průhyb.

Uvedené vztahy (8. 2. 14- 8.2.18) lze přímo aplikovat pro sestavení rovnice pro plošné řešení metodou konečných prvků, kde pro tuto úlohu lze využít zejména Galerkinovu metodu, která v tomto případě dává prakticky stejné výsledné řešení v porovnání s Ritzovou metodou [51.52]. Rovnici (8.2.6) lze pak vyjádřit pomocí rovnice (8. 2. 19),

$$\int_{\Omega} \left( -\alpha \Delta \varphi + \beta \frac{\partial \varphi}{\partial t} \right) \delta \varphi d\Omega + \int_{\Gamma_2} (\alpha \Delta \varphi - \bar{p}) \delta \varphi d\Gamma = 0. \quad (8.2.19)$$

Pro potřeby sestavení MKP simulace lze pomocí Gaussovy věty upravit první integrál z rovnice (8.2.19), čímž získáme rovnici (8.2.20).

$$\int_{\Omega} \left\{ \alpha \left[ \frac{\partial}{\partial x} (\delta \varphi) \frac{\partial \varphi}{\partial x} + \frac{\partial}{\partial y} (\delta \varphi) \frac{\partial \varphi}{\partial y} \right] + \beta \delta \varphi \frac{\partial \varphi}{\partial t} \right\} d\Omega - \int_{\Gamma_1} \alpha \frac{d\varphi}{dn} \delta \varphi d\Gamma - \int_{\Gamma_2} \delta \varphi \bar{p} d\Gamma = 0. \quad (8.2.20)$$

Na části hranice  $\Gamma_1$  je definována okrajová podmínka z rovnice (8.2.20) z čehož plyne, že  $\delta \varphi = 0$ . V MKP se funkce  $\varphi$  aproximuje po elementech navržené konstrukce sítě konečných prvků podle rovnice (8.2.21).

$$\varphi = \mathbf{B} \mathbf{r}, \quad (8.2.21)$$

kde  $\mathbf{B}$  je řádková matice báзовých funkcí,  $\mathbf{r}$  je sloupcová matice uzlových hodnot funkce  $\varphi$ .

Výsledně pak dostáváme základní tvar diferenciální rovnice prvního řádu podle rovnice (8.2.22).

$$\mathbf{K} \mathbf{r} + \mathbf{L} \frac{d\mathbf{r}}{dt} = \bar{\mathbf{p}} \quad (8.2.22)$$

Kde členy  $\mathbf{K}$ ,  $\mathbf{L}$ ,  $\bar{\mathbf{p}}$  lze vyjádřit podle následujících rovnic (8.2.23).

$$\left. \begin{aligned} \mathbf{K} &= \int_{\Omega} \alpha \left( \frac{\partial \mathbf{N}^T}{\partial x} \frac{\partial \mathbf{N}}{\partial x} + \frac{\partial \mathbf{N}^T}{\partial y} \frac{\partial \mathbf{N}}{\partial y} \right) d\Omega \\ \mathbf{L} &= \int_{\Omega} \beta \mathbf{N}^T \mathbf{N} d\Omega \\ \bar{\mathbf{p}} &= \int_{\Gamma_2} \mathbf{N}^T \bar{p} d\Gamma \end{aligned} \right\} \quad (8.2.23)$$

Rovnici přibližující popsání přetvoření pomocí Winkler-Pasternakova modelu lze pak vyjádřit pomocí příslušného funkcionálu pomocí rovnice (8.2.24).

$$\frac{1}{2} \int_{\Omega} \left\{ C_1 \omega^2 + C_2 \left[ \left( \frac{\partial \varphi}{\partial x} \right)^2 + \left( \frac{\partial \varphi}{\partial y} \right)^2 \right] \right\} dx dy - \int_{\Omega} \bar{p}_k \omega dx dy - \int_{\Gamma} \bar{q}_k \omega ds = \Pi. \quad (8.2.24)$$

kde  $\bar{q}_k$  vyjadřuje silovou okrajovou podmínku a v případě proudění media se jedná o geometrickou okrajovou podmínku.

## 8.3 Sestavení modelu MKP

### 8.3.1 Postup řešení

Ke splnění zadání bylo nutné realizovat následující dílčí kroky:

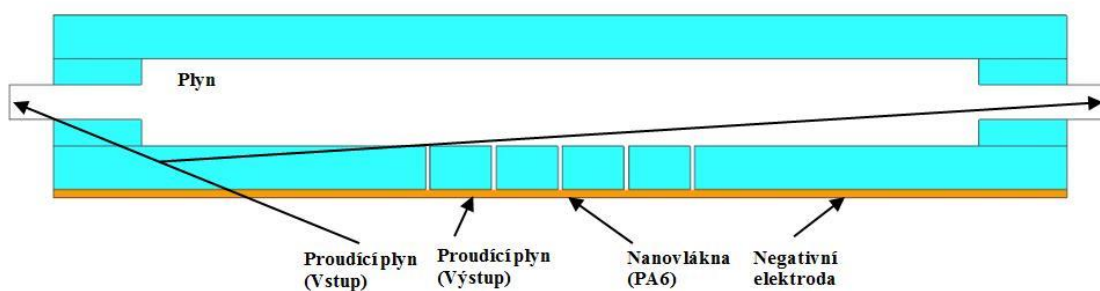
- Tvorba geometrie konstrukčního návrhu kolektoru s protiprouděním v preprocesoru.
- Volba vhodného typu konečných prvků a sestavení odpovídající konstrukci sítě konečných prvků.
- Definice materiálových vlastností jednotlivých částí systému (kolektor, proudící medium, vnější prostředí, vznikající 3D nanostruktura).
- Zadání okrajových a počátečních podmínek.
- Definice vstupní hodnoty procesoru (Solveru)
- Řešení a vyhodnocení úlohy, zpracování výsledků

### 8.3.2 Definice okrajových a počátečních podmínek modelu

V programu Comsol Multiphysics lze v preprocesoru geometrii vytvářet nebo importovat z CAD formátů. Vzhledem k charakteru a možnosti řešit úlohu v rovině a také časové výpočtové náročnosti byla vytvořena v preprocesoru zjednodušená 2D geometrie (obr. 8. 1) s navrhovanými rozměry jako budou v případě výsledného reálného konstrukčního vzorku pro reálné testování. Síť konečných prvků byla zkonstruována z 9ti uzlových 2D kubických axisymetrických elementů, které jsou vhodné pro pohyb proudění a popis intenzity elektrického pole. Modelové simulace zahrnují všechny části navrhovaného konstrukčního uspořádání tj. kolektor (sběrná elektroda), okolní prostředí (vzduch), proudící medium, 3D nanostruktura.

V numerickém modelu v prostředí MKP můžeme zavést odpovídající okrajové (počáteční, geometrické) podmínky jako při následném testování:

- vnitřní rozměry uzavřeného boxu jsou v modelu 970x740mm
- kolektor ve výšce 285 mm od zvlákňovací elektrody při počátečním nulovém napětí
- geometrie vany podle výkresové dokumentace
- výška polymerního roztoku v ose rotace zvlákňovací elektrody.



**Obr. 8.1** 3D model pro metodu konečných prvků

Pro model je zejména důležité vystihnout okamžitý jev a velikost tlaku proudu média z trysky na strukturu a tím přibližně zjistit, při jaké velikosti působícího proudu média by se 3D nanostruktura přetvořila podle daných požadavků. Fyzikální parametry u 3D nanostruktury jsou velmi obtížně měřitelné. Zejména stanovení modulu pružnosti. Proto modul pružnosti nanovláknenné vrstvy využitý v modelové simulaci vychází z modulu PA6 vztažené k hustotě



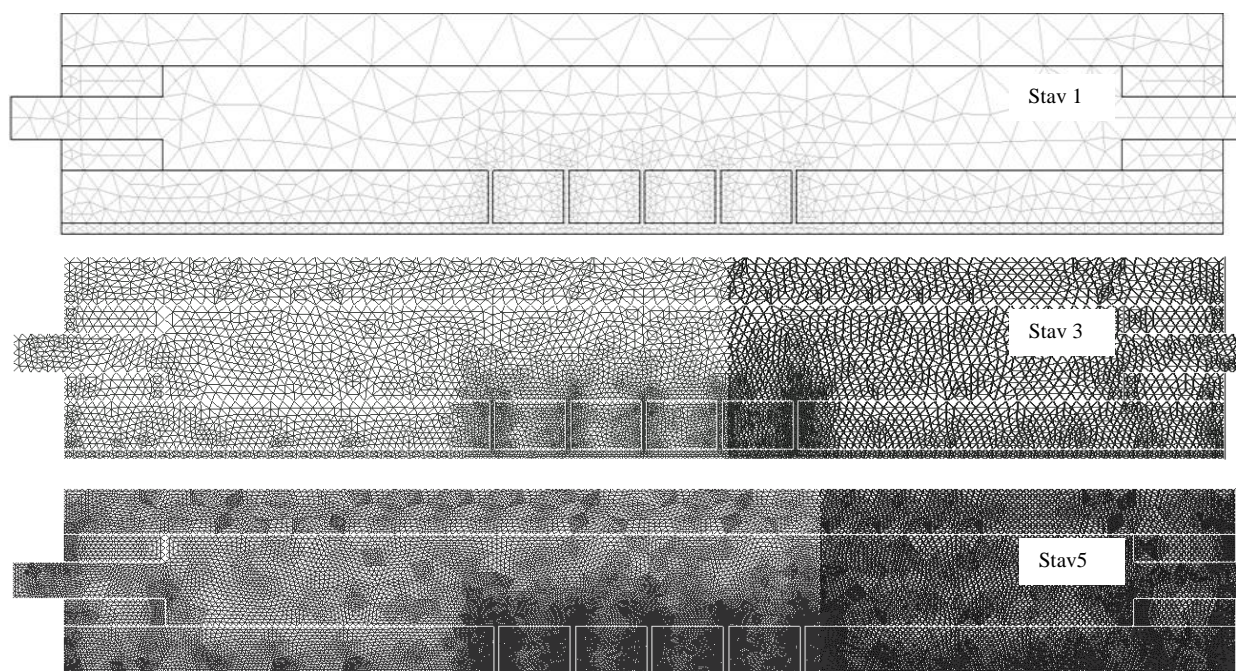
zaplnění nanovláknenné struktury, jenž odpovídá dané oblasti (obr. 8. 1). Fyzikální parametry vstupující do modelové simulace jsou uvedeny v tab. 2.

**Tab. 2** Fyzikální parametry MKP modelu

Hustota [kg.m <sup>-3</sup> ]		Viskozita [kg/m.s]	Relativní permitivita <sup>a)</sup> [-]	Modul pružnosti [MPa]
Záporná elektroda	7,8.10 <sup>3</sup>	-	1	2,1.10 <sup>6</sup>
Proudící medium	1,14	1,789.10 <sup>-5</sup>	1,0054	-
Polymer PA6	1,4.10 <sup>3</sup>	8,3.10 <sup>-6</sup>	3,5	1200.10 <sup>-2</sup>

a) Relativní permitivita byla využita z [5]. Materiálové vlastnosti s kritickými hodnotami při zvláknování uvádí také [16]

Při modelové simulaci takového procesu vzniká problém v konvergenci řešení, neboť se stává, že finální řešení, i přes velmi propracované eliminačních postupy Gaussovy eliminace může iterovat s nepřijatelnou chybou řešení. Proto je nutné již při sestavování modelu, který přibližuje reálné chování, navrhnout vhodnou konstrukci adaptivní sítě konečných prvků splňující kritéria proudění, okrajové a počáteční podmínky. Výsledné adaptivní síťování je na obr. 8. 2.



**Obr. 8.2** MKP proces konvergence. Adaptivní síťování minimalizace rezidií

Jedná se zejména o to, aby se minimalizovala vzniklá rezidua na přijatelnou míru

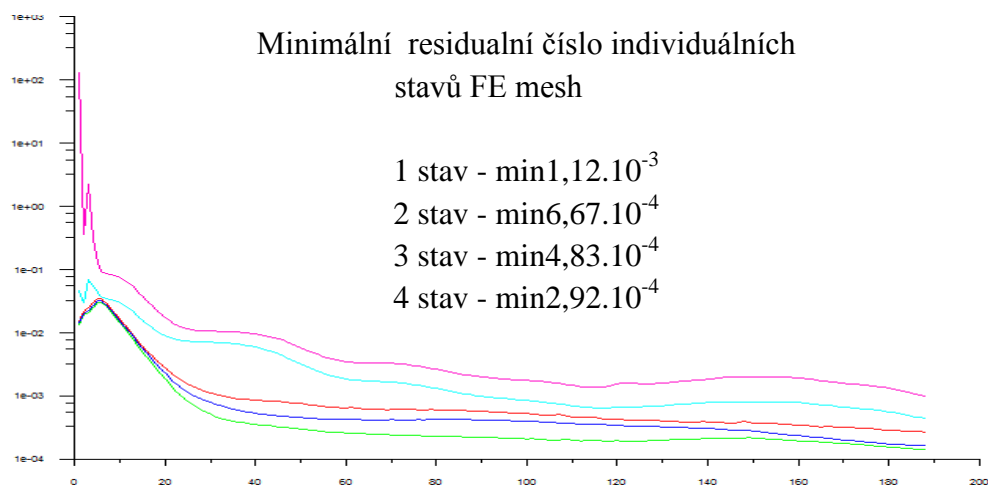


vhodným počtem iterací. Možností by proto mohlo být využití multigrid (více síťové) metody, která v podstatě kombinuje iterační a finitní metody. Chybu řešení pak lze rozdělit na singulární (lokální) a globální chybu. Singulární chyba je vysokofrekvenční chyba, která je však lokálně rozsáhlá, ale lze zmenšit iteračním postupem. Globální nízkofrekvenční chyba, má povahu hladké funkce a postihuje prakticky celou řešenou oblast. Síť konečných prvků byla proto vytvořena z 2D Triaxial axisymmetric (osověsymetrických) prvků (9-uzlové prvky).

$$a_{-1} = \frac{1}{2\pi i} \oint_C f(z) dz = \sum_{k=1}^n \text{Res}[f(z)] \quad (8.3.7)$$

Kde  $a_{-1}$  je rezidium funkce  $f(z)$  v uzlovém bodě  $z_0$ ,  $f(z)$ , která vyjadřuje meromorfní funkci Laurentovy řady<sup>(8.1)</sup> v okolí izolovaného singulárního bodu (uzlu), přičemž musí platit ( $z_0 \neq z$ ),  $\text{Res}[f(z)]_{z=z_k}$  označujeme rezidium funkce  $f(z)$  v  $k$ -tém uzlovém bodě  $z_k$ .

Pro dostatečně přesné řešení v geometricky komplikovaných oblastech (zaoblení, rohy trysky) a oblasti studia přetvoření byly adaptivní technikou vytvořeny prvky o velikosti 0,002 mm. Výsledná závislost konvergence výpočtu, která je daná vyjádřením velikosti residuů na počtu iterací výpočtu, je uvedena na obr. 8.3 a v tab. 3.



Obr. 8.3 Závislost residuů na počtu konvergenčních iterací

<sup>(8.1)</sup> Laurentovy řada je zobecnění mocninné řady, součet řad komplexních funkcí

$$\sum_{n=-\infty}^{\infty} a_n (z - z_0)^n + \sum_{n=1}^{\infty} a_n (z - z_0)^{-n}$$

pro  $z_0$  náleží  $E$  (rovina komplexních čísel). Číslo  $z_0$  je střed Laurentovy řady, čísla  $a_n$  jsou koeficienty Laurentovy řady.

**Tab. 3** Konečné hodnoty adaptivního síťování FEM

Konečný počet uzlů elementů		Počet iterací	Residie	Požadovaná přesnost řešení (%) <sup>a)</sup>
213625	34888	188	$1,67 \cdot 10^{-4}$	5

a) požadovaná přesnost řešení se vztahuje k výsledné chybě řešení  $\|e\|$ , jenž je sumou příspěvků chyb z jednotlivých prvků [9]

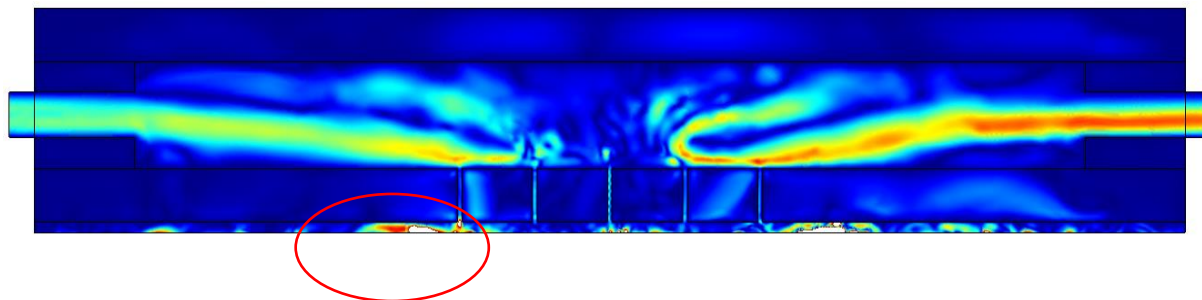
## 8.4 Výsledky modelových simulací

Modelová simulace s fyzikálními parametry podle tab. 1 ukázala, že vstupní hodnoty tlaku významně ovlivňují deformaci 3D nanovlákněné struktury. Byly provedeny modelové simulace při různých působících tlacích, jejichž hodnoty pro jednotlivé simulace jsou uvedeny v tab. 4.

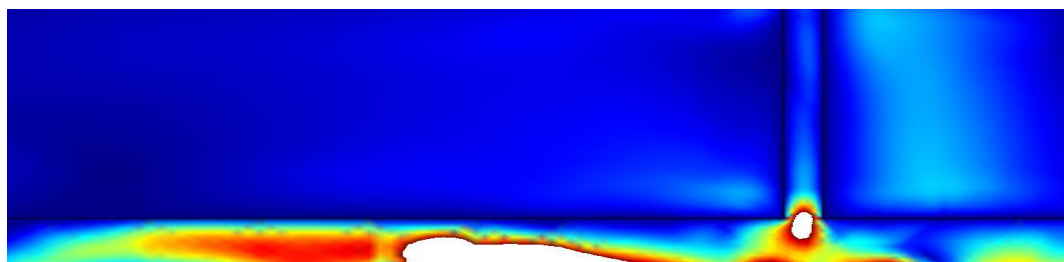
**Tab. 4** Hodnoty proudícího tlaku na strukturu

Model	Hustota (kg.m <sup>-3</sup> )	Parametry proudění na výstupu		
		Hmotnostní tok (g/s)	Proudící tlak (Pa)	Působící síla (N)
Simulace 1	1,14	-	3000	-
Simulace 2	1,14	-	2200	-
Simulace 3	1,14	0,88±0,012	1700	0,026±0,007

Při působící vstupní hodnotě 3000 Pa se nanostruktura trvale zdeformovala, až se plasticky porušila, jak znázorňuje obr. 8. 4. Snížením tlaku na hodnotu 2200 Pa se přetvoření modelové 3D nanostruktury také plasticky přetvořily, ale bylo patrné, že došlo k mírnému zlepšení.



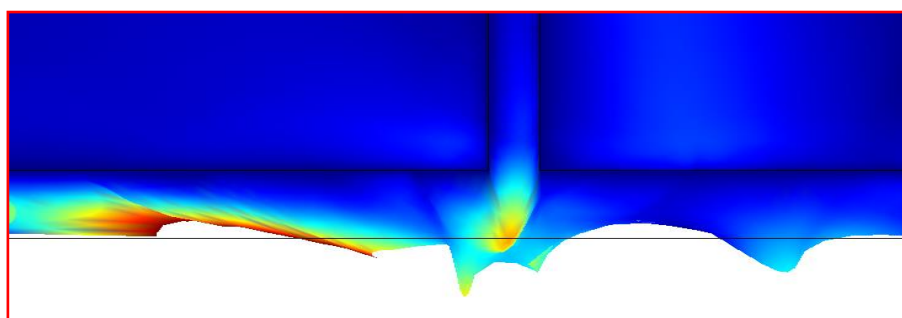
**Obr. 8.4** FEM model tlak 3000 Pa



**Obr. 8.5** FEM model pro nejvyšší tlak 3000Pa- detail

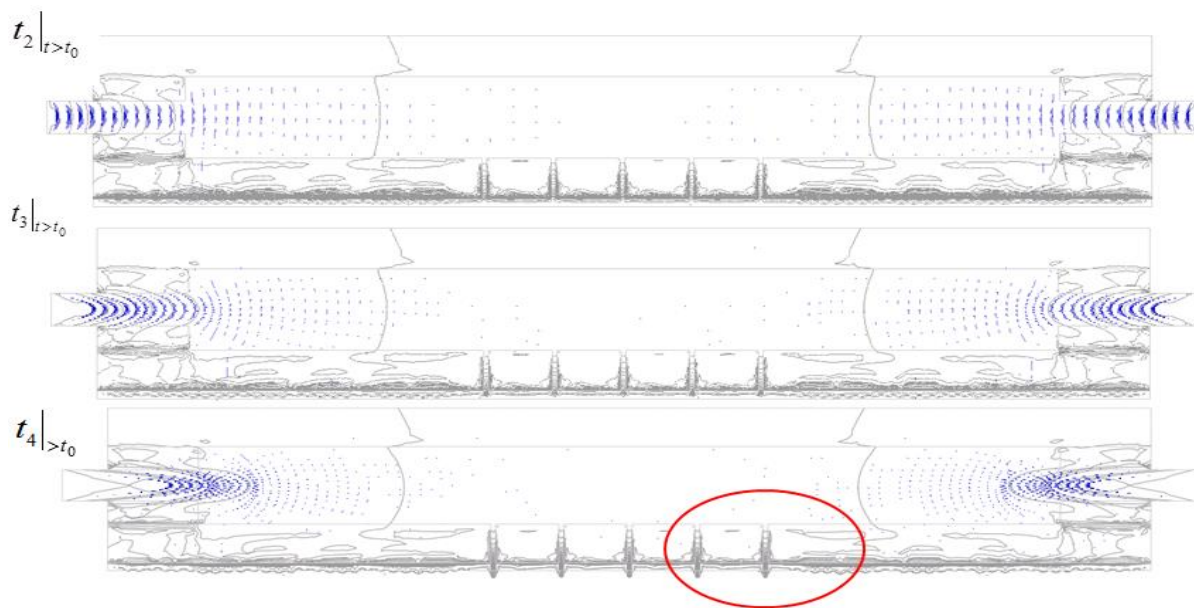


**Obr. 8.6** FEM model pro nejvyšší tlak 2200 Pa



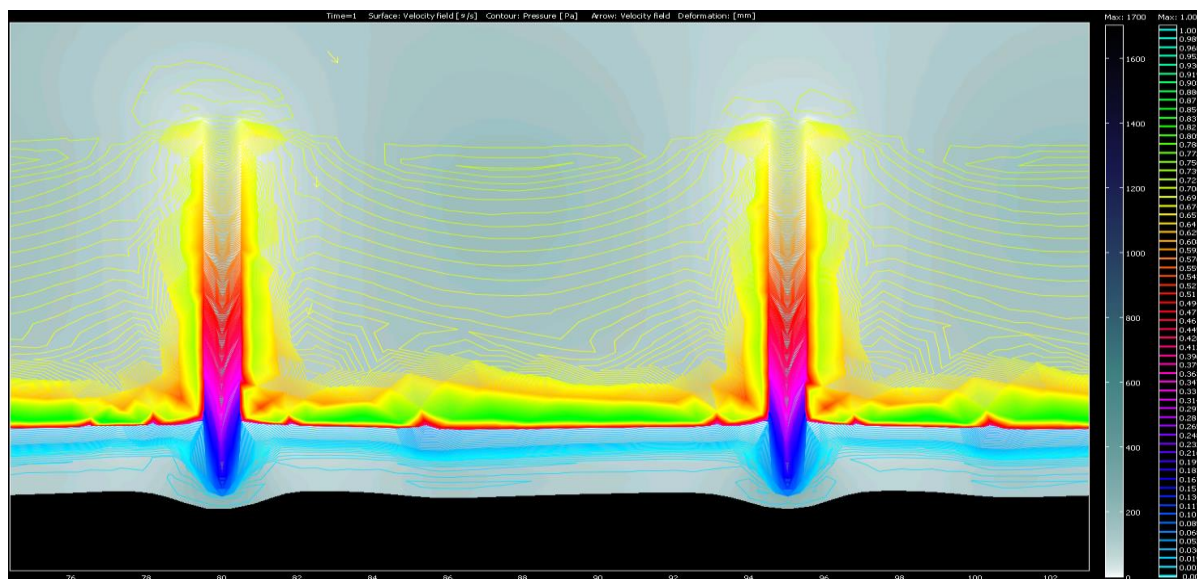
**Obr. 8.7** FEM model pro nejvyšší tlak 2200 Pa – detail

Odpovídajícího přetvoření 3D nanostruktury se podle modelové simulace docílilo hodnotou proudícího plynu o tlaku 1700 Pa. Rozložení působícího laminárního proudění inertního plynu (vzduchu) z trysky kolektoru na nanovlákenou strukturu podle modelové simulace je znázorněna pomocí průběhu vektorového rozložení (obr. 8. 10). Na obr. 8. 11 je znázorněn časový průběh proudícího vzduchu. Dynamické působení tlaku při působící síle  $0,026 \pm 0,007 \text{ N}$  na povrch nehomogenní 3D nanovláknenné struktury způsobuje přetvoření struktury projevující se na výsledné reorganizaci vláken od stlačovaného proudu plynu do maximální deformace, což vyjadřuje vektorové rozložení jednotlivých proudnicových izočár. Prostřednictvím MKP simulace bylo zjištěno, že při proudění způsobuje stlačení  $410 \pm 30 \mu\text{m}$ . Lze však předpokládat, jestliže přestane proudit tlak vzduchu, resp. působící síla na strukturu, potom se limitně bude blížit k nule ( $\lim F \rightarrow 0$ ) dochází ve struktuře k částečné vratné deformaci, což by mohlo charakterizovat, že takto vzniklá 3D nanostruktura získává určitou hysterézi podobnou při tlakovém zatížení nelineárních vláknenných struktur



**Obr. 8.8** FEM model: průběh vektorové proudění při působícím tlaku plynu 1700 Pa

Detail rozložení působícího tlaku plynu z dvou trysek a přetvoření 3D nanostruktury vlivem působícího tlaku je na obr. 8. 9

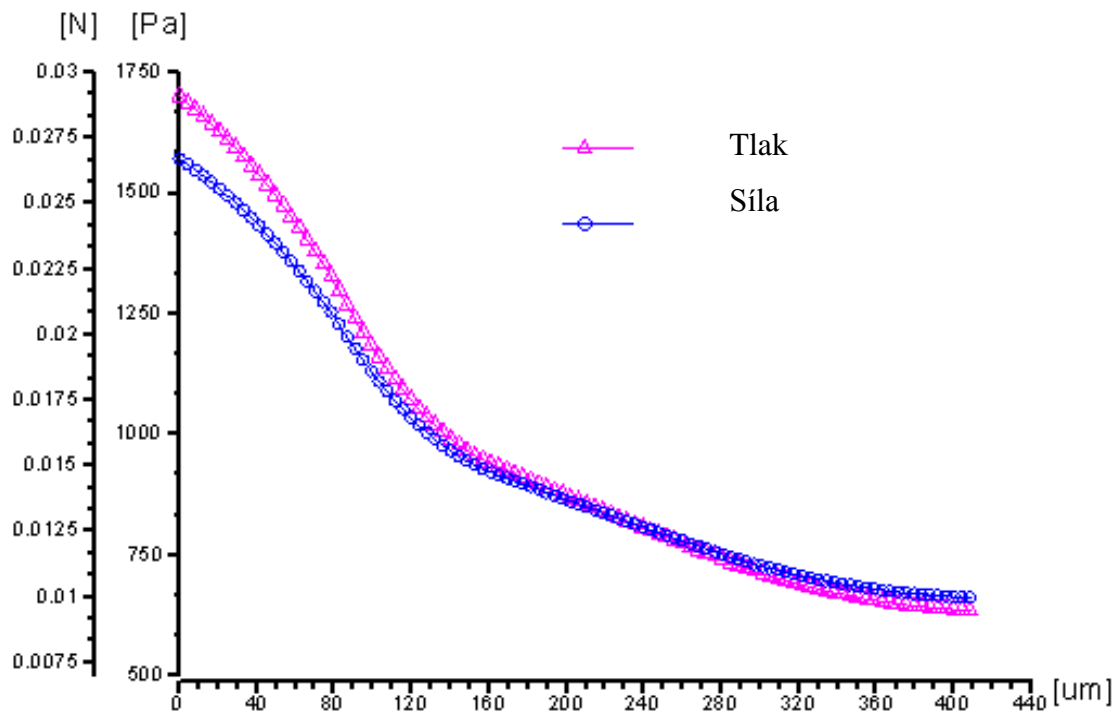


Obr. 8.9 FEM model: průběh vektorové proudění při působícím tlaku 1700 Pa

Výsledné průběhy působícího tlaku na strukturu jsou vidět v grafu na obr. 8. 10, kde je patrná nelineární závislost působícího tlaku v závislosti na stlačování. Z počáteční hodnoty 1700 Pa se tlak ve struktuře ustálí na hodnotě 600 Pa v délce stlačení přibližně 400  $\mu\text{m}$ . Do průběhu stlačení 160  $\mu\text{m}$  je charakteristické prudké klesání síly z původní hodnoty  $0,026 \pm 0,007 \text{ N}$  na vstupu u trysky až na hodnotu  $0,0155 \pm 0,0015 \text{ N}$  ve stlačení  $160 \pm 10 \mu\text{m}$ , což vypovídá o počáteční velké porózitě struktury a nízké tuhosti struktury. Postupně od hodnoty stlačení 160  $\mu\text{m}$  se průběh začne ustalovat. Při hodnotě  $410 \pm 30 \mu\text{m}$  se dá konstatovat, že se struktura nepřetváří. Průběh rychlosti proudícího vzduchu se z počáteční hodnoty  $54 \text{ m.s}^{-1}$  u trysky se postupně ustálí prouděním strukturou na hodnotu  $32,3 \text{ m.s}^{-1}$ , což vypovídá o tom, že takováto struktura by mohla pohltit až  $\sim 40\%$  rychlosti proudícího vzduchu. Hmotnostní tok proudícího plynu se sníží o 42,5% resp. z  $0,49 \text{ g.s}^{-1}$  na  $0.233 \text{ g.s}^{-1}$  (obr. 8. 11). Přetvoření struktury v blízkosti trysky v průběhu času  $t$  znázorňuje obr. 8. 12, kde jsou zobrazeny parametrické grafy, které charakterizují průběh stlačení z průměru trysky. Průběh přetvoření struktury je zřejmě způsoben kombinací tahového a tlakového napětí. Deformace odpovídá vychýlení membrány, kterou můžeme obecně popisovat Winkler-Pasternakovým modelem podle rovnice (8. 3. 6).

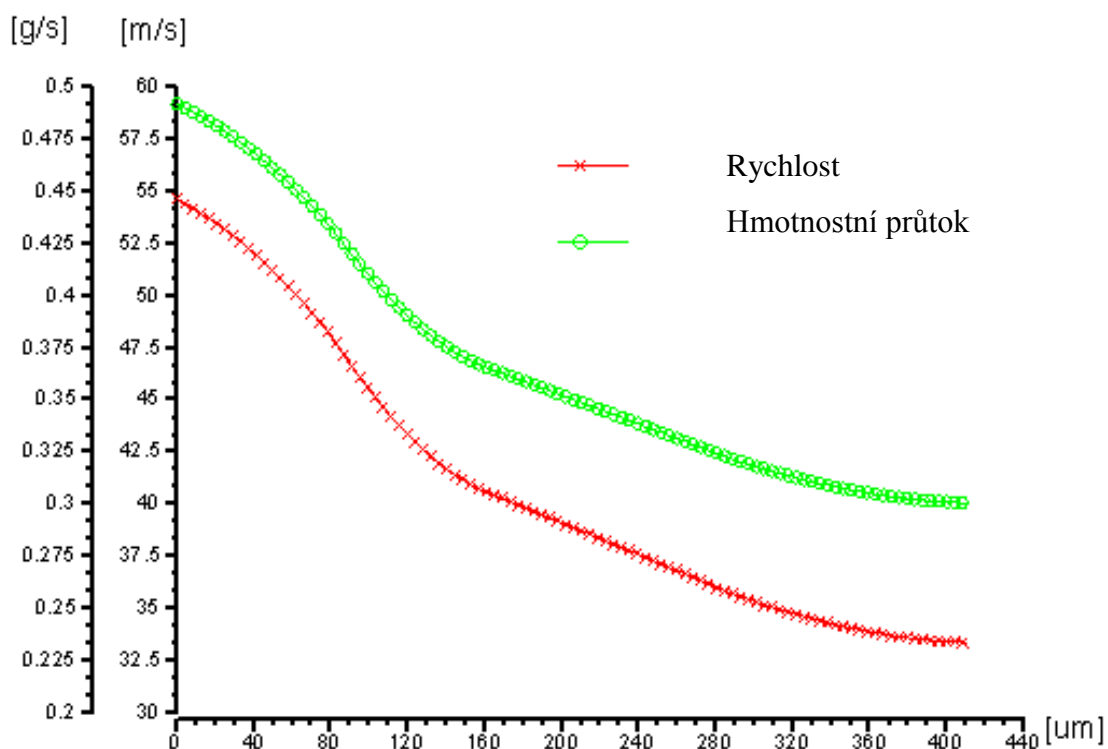
Jak bylo uvedeno v kap. 5. 1 (Současný stav kolektorů) uvádějí autoři, že pro zvýšení automatizace procesu byly postupně nahrazeny jehlové spinery novými typy elektrod a kolektorů, které zlepšují nejen účinnost procesu, ale současně produkci nanovláken. Válcové kolektory vykazují vyšší uspořádanost vláken a je proto využíván pro orientování pro daný

průměr kolektoru. Hypoteticky uvažujme, že nově vznikající nanostrukturu bychom mohli ovlivňovat a tedy tím optimalizovat nejen konstrukčním uspořádáním elektrod, ale také tím, že ze sběrného kolektoru bychom přivedli další přidavný silový účinek, který by způsobil odpovídající reorganizaci výsledné struktury. Pro návrh konstrukčního řešení a následné optimalizace je proto vhodným nástrojem modelová simulace v MKP, neboť z ní můžeme vycházet pro následný návrh reálného funkčního vzorku.

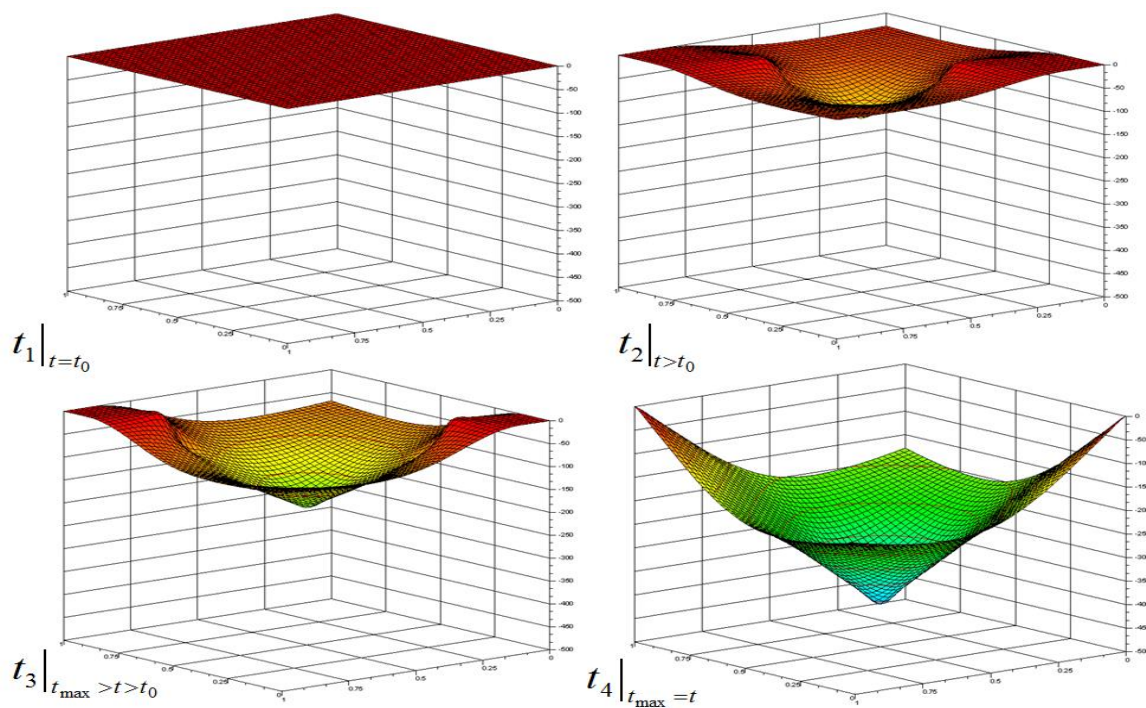


**Obr. 8.10** FEM model: Průběh závislosti síly a tlaku na stlačení 3D nanostruktury





Obr. 8.11 FEM model: Průběh závislosti rychlosti proudění a hmotnostního toku na stlačení 3D nanostruktury



Obr. 8.12 FEM model: Časový průběh stlačování



## 8.5 Závěr

V této kapitole byla provedena virtuální studie přetvoření 3D nanostruktury na navrhovaném kolektoru s proudícím vzduchem. Byla provedena studie prostřednictvím metody konečných prvků. Byl sestaven 2D simulační model s reálnou geometrií navrhovaného kolektoru. Model byl sestaven pro posouzení kritického přetvoření vznikající 3D nanostruktury od působícího tlakového média. Charakter a tok pohybu vzduchu je založen na Laplace-Poissonově difúzní diferenciální rovnici. V modelu byla zahrnuta také porézní struktura, která reprezentuje nanostrukturu. Výsledky znázornily, že při hodnotě působícího tlaku z trysky 3000 a 2200 Pa se porézní struktura charakterizující 3D nanostrukturu trvale přetvoří (struktura se roztrhala obr. 8. 5) a až při hodnotě působícího tlaku 1700 Pa měla struktura odpovídající přetvoření (obr. 8. 6). V reálném procesu se to zřejmě však bude chovat jinak, neboť průběh přetvoření 3D nanostruktury bude záviset nejen na hodnotě tlaku proudících médií, ale i na vnějším prostředí, viskozitě, koncentraci polymerního roztoku, velikosti a vzdálenosti elektrod, geometrii kolektoru, ale i na relativní permitivitě použitého materiálu. Model MKP i přes tyto zmíněné parametry umožňuje významně provádět optimalizaci konstrukčního uspořádání a geometrie kolektoru (velikost průtoku média – vzduchu) bez nutnosti složitého reálného experimentu.

## 9 Sestavení a testování funkčního vzorku

V této kapitole je popsána konstrukce a testování kolektoru pro výrobu 3D nanovláknenné struktury. V úvodu je přiblížena realizace funkčního modelu a srovnání s původním typem kolektoru. Kolektor byl otestován na katedře energetických zařízení Technické univerzity v Liberci. Zkouškami byl vyhodnocen průtok plynu v kolektoru v závislosti na počtu trysek.

### 9.1 Měření průtoku kolektoru (optimalizace)

Pro kontrolu navržené simulace proudění bylo nutné provést kontrolní výpočty na vstupu a výstupu kolektoru, který je osazen dvěma otvory o  $\varnothing$  4.8 mm pro plnění tlakovým médiem. Kolektor s deseti otvory bylo nutné optimalizovat pro stanovení velikosti trysek. Výstupní trysky disponují navrženým  $\varnothing$  1 mm. Proto je nutná výpočtová kontrola dostatečnosti plnění za pomoci teoretického hmotnostního průtoku na vstupu a výstupu podle počtu trysek. Výpočet je proveden pomocí rovnice pro teoretický hmotnostní průtok izoentropického výtoku plynu při nadkritickém tlakovém spádu obr 9. 1. Měření bylo provedeno také pro plyn SF<sub>6</sub>, obr. 9. 2. Předpokládá se, že plyny jsou stlačitelné, a pak je pro výpočet významnější hodnota hmotnostního průtoku vyjadřující hmotnost látky, která projde průřezem trubice za jednotku času (9.1.1).

$$Q_v = A * v \quad (9.1.1)$$

Mezi hmotnostním a objemovým průtokem platí vztah (9.1.2)

$$Q_m = \rho * Q_v \quad (9.1.2)$$

Rovnice teoretického hmotnostního průtoku (9.1.3)

$$Q_m = Ap_1 \sqrt{\frac{2}{rT} \left( \frac{2}{k+1} \right)^{\frac{k}{k-1}} \frac{k}{k-1}} \quad (9.1.3)$$

Význam veličin:

$A$ - kolmý průřez dýzy [ $\text{m}^2$ ]

$p_1$ - absolutní tlak v potrubí [ $\text{Pa}$ ]

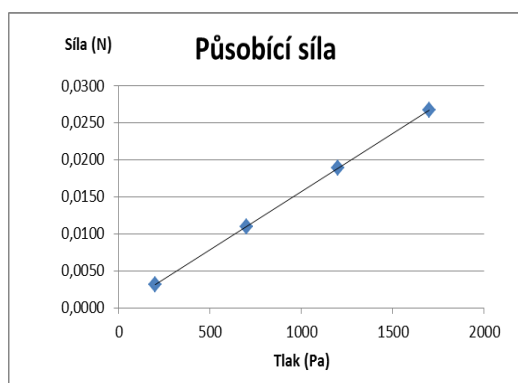
$T$ - termodynamická teplota v potrubí [ $\text{K}$ ]

$k$ - poměr měrných tepelných kapacit, pro vzduch  $k=1.4$  [-]

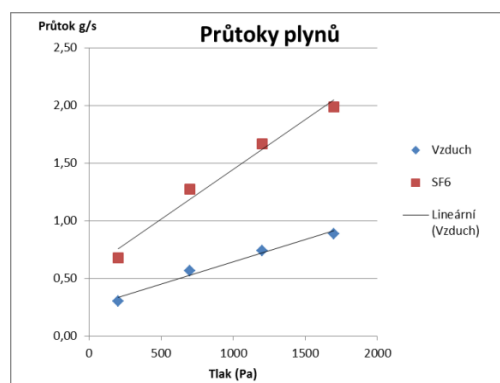
$r$ - specifická plynová konstanta, pro vzduch  $r=287$  [ $\text{J}/(\text{kgK})$ ]

$Q_m$ - teoretický hmotnostní průtok [ $\text{kg/s}$ ]

### Vypočtené hodnoty pro přetlak 200- 1700 Pa



**Obr. 9.1** Závislost síly plynu na tlaku

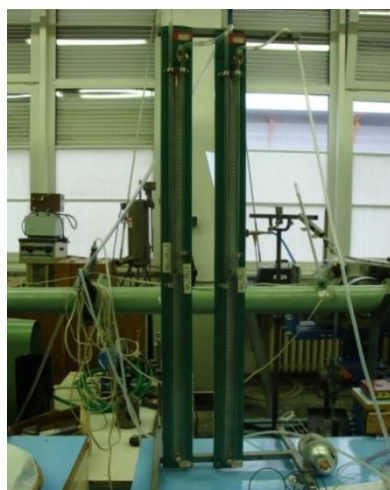


**Obr. 9.2** Závislost průtoku na tlaku

Zařízení kolektoru bylo připojeno na stálý přívod přetlakového vzduchu v hodnotách 200-1700 Pa. Hodnoty byly zaměřeny na digitálním zařízení Siemens SITRANS F C MASSFLO 2100 (obr. 9. 3) společně s kapalinovým měřicím zařízením (obr. 9. 4).



**Obr. 9.3** Siemens SITRANS



**Obr. 9.4** Kapalinový průtokoměr

Na základě měření na dvou nezávislých průtokoměrech byly naměřeny hodnoty pro rychlost a průtok plynu v závislosti na tlaku.

Pro správnou funkci kolektoru bylo nutné změřit rychlost průtoku plynu s ohledem na zjištění možnosti vzniku turbulentního proudění namísto požadovaného proudění laminárního. Přechod laminárního proudění do turbulentního nastane při kritickém Reynoldsovu číslu  $Re_{krit} = 2320$ . Pro minimalizace odchylek bylo měření a experimenty provedeny při 22°C.



**Obr. 9.5** Instalovaný kolektor v NS- 500E

## 9.2 Závěr

Na základě provedených simulací a testování prototypu pro optimalizaci počtu otvorů byl stanoven jako nejvhodnější kolektor s 10 otvory. Tento typ kolektoru je prověřen MKP na turbulentní proudění s kladným výsledkem a minimem turbolencí uvnitř konstrukčního řešení tlakové nádoby. Současně je splněna podmínka cíleného proudění kolmo na zvlákňovací vaničku a drátovou elektrodu s omezeným tlakem, který nesmí narušovat souvislou hladinu a strhávat kapičky polymeru z drátové elektrody. Navržený kolektor byl instalován v zařízení NS-500E.

## 10 Mechanické vlastnosti vybraných vzorků nanostruktury

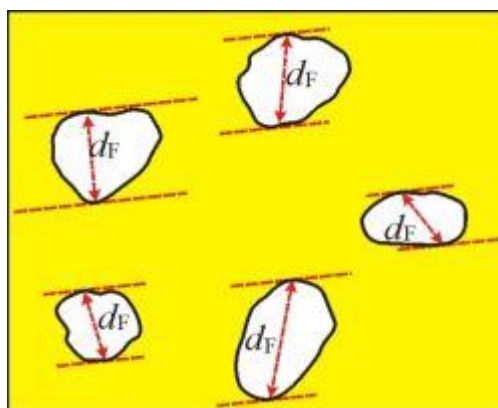
V této kapitole byla sestavena a provedena měření vybraných vzorků nanostruktury PA6 a PCL pro vzájemné porovnání a vyhodnocení vlastností nového zvlákňovacího kolektoru. Experimenty byly provedeny na testovacích vzorcích, přičemž se posuzovaly hodnoty prodyšnosti a pevnosti nanostruktury. V závěru kapitoly je provedeno optické zkoumání řezů struktur pro ověření modelové simulace MKP a stanovení hodnoty přetvoření působením tlaku plynu.

### 10.1 Vyhodnocení velikosti pórů

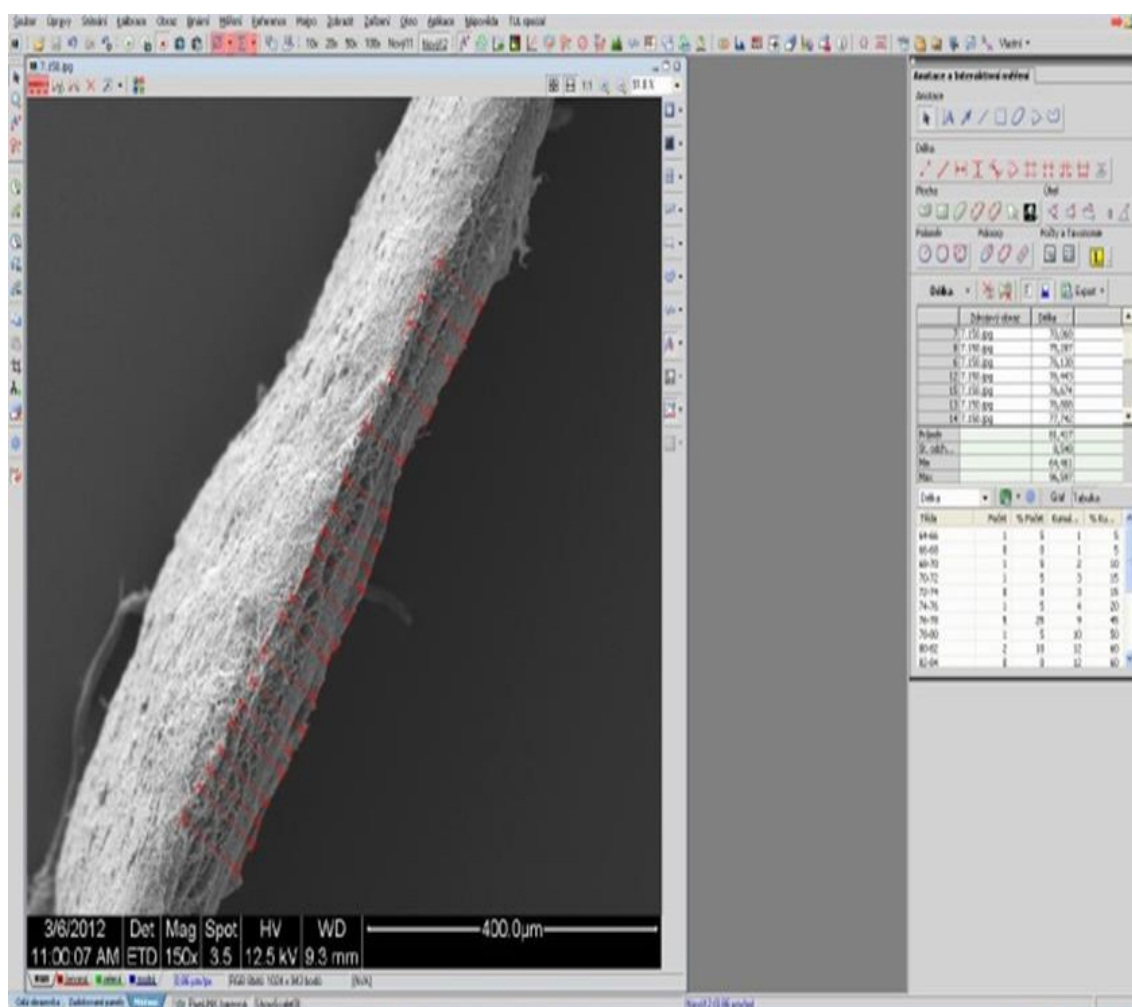
Měření struktury polymerů vyžaduje speciální vyhodnocovací software v kombinaci se záznamy z elektronového mikroskopu. Jednotlivé vzorky pro měření velikosti pórů byly odříznuty v kolmém směru na rovinu zvlákňování laserovým paprskem eliminující poškození nanostruktury použitím nevhodných metod. Postup pro získání obrazu kolmého řezu z elektronového mikroskopu je popsán podrobněji v kapitole 6. 4. 2. Získaný obraz je následně převeden do vyhodnocovacího software s přiloženým měřítkem určujícím reálné naměřené hodnoty. Na základě odměřené hodnoty měřítka je postupnými kroky vyhodnocován průměr všech pórů v nanostruktuře. Pro vyhodnocení se nabízí několik možných metod zpracování výsledků měření od ekvivalentního průměru póru založeného na základě obvodu, případně na kruhovitosti nebo vyhodnocení plochy. Při použití metody ekvivalentního průměru póru dochází k nevhodnému získání matematické „kruhovitosti“, která vede ve výsledku k optimalizaci výsledných hodnot, ale současně převádí reálné hodnoty délky a šířky do idealizovaných a nereálných kruhových objektů se špatným průměrem. Vzhledem k daným skutečnostem byla vybrána jako optimální metoda měření rozměru částice určeného z průměru částice na vybranou osu. Tato metodika měření se nazývá Feretův průměr <sup>(10.1)</sup>. Grafický princip vyhodnocení pomocí Feretova průměru je na obr. 10. 1.

---

<sup>(10.1)</sup> Parametr používaný k charakterizaci disperzních částic nepravidelného tvaru. Je roven vzdálenosti bodů, v nichž se dvě paralelní tečny dotýkají obvodu průmětu částice (stanovuje se na snímku z optického nebo elektronového mikroskopu). Směr, kterým jsou vedeny tečny, musí být stejný u všech proměřovaných částic.

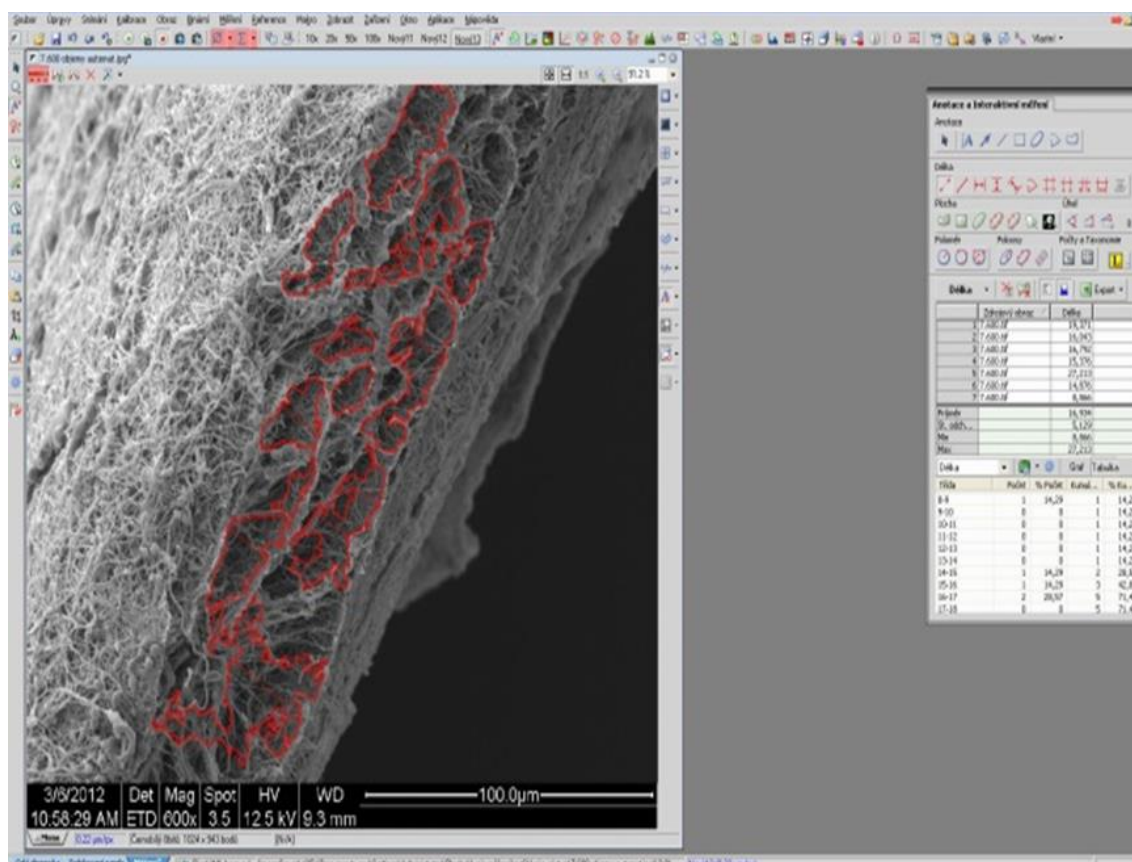


Obr. 10.1 Feretův průměr disperzních částic



Obr. 10.2 Ukázka měření nanostruktury





**Obr. 10.3** Kalkulace celkového průměru pórů

Popis software Lucia

Vyhodnocením SEM snímků nanovlákněné vrstvy pomocí obrazové analýzy Lucia G obr. 10. 2 byla získána data obr. 10. 3., ze kterých byly sestaveny pro jednotlivé sledované nanovlákněné vrstvy. Je patrné, že data jsou pravidelně rostoucí a vyhovují lineárnímu modelu.

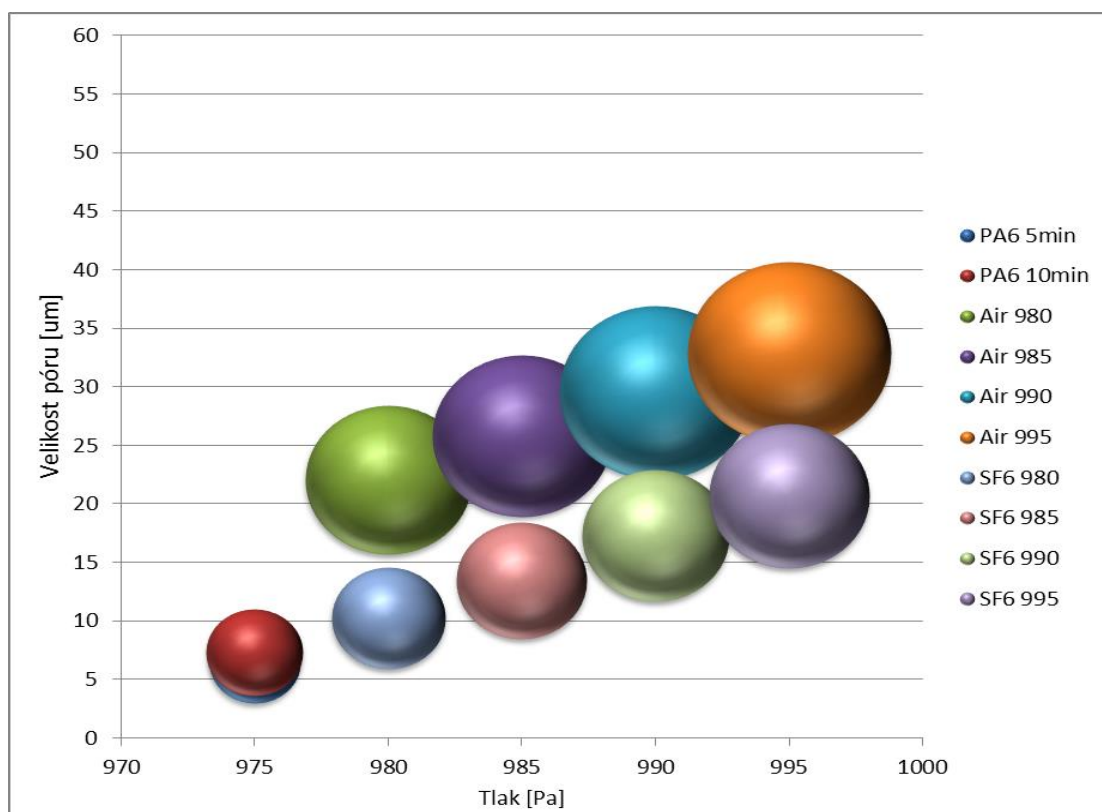
Z výsledků statistického zpracování průměrů nanovláken a naměřených hodnot velikostí mezivláknenných pórů (graf 10.4 a 10.5) je patrné, že získané hodnoty odpovídají charakteru jednotlivých nanovláknenných vrstev. Soubor obsahuje data získaná souhrnným vyhodnocením SEM snímků z různých míst nanovláknenné vrstvy vytvořené při odlišných výrobních podmínkách během prvního poloprovozního zvlákňování. Soubor (neřazeno) obsahuje data získaná vyhodnocením SEM snímků nanovláknenné vrstvy vytvořené při optimálních výrobních podmínkách bez použití tlaku vzduchu s vyhodnocením snímků nanovláknenné vrstvy vytvořené při optimálních výrobních podmínkách. Vliv působení tlaku

vzduchu se projevuje jak sníženými hodnotami střední hodnoty pevnosti nanovláken, tak i většími plochami mezivlákněných pórů (tab. 5), což potvrzuje předpoklad celkového rozvolnění nanovlákněné vrstvy při aplikaci tlaku v procesu zvlákňování, které je uváděno v kap. 8, ve které jsou celkové výsledky tlakového působení na nanovlákněný materiál shrnuty.

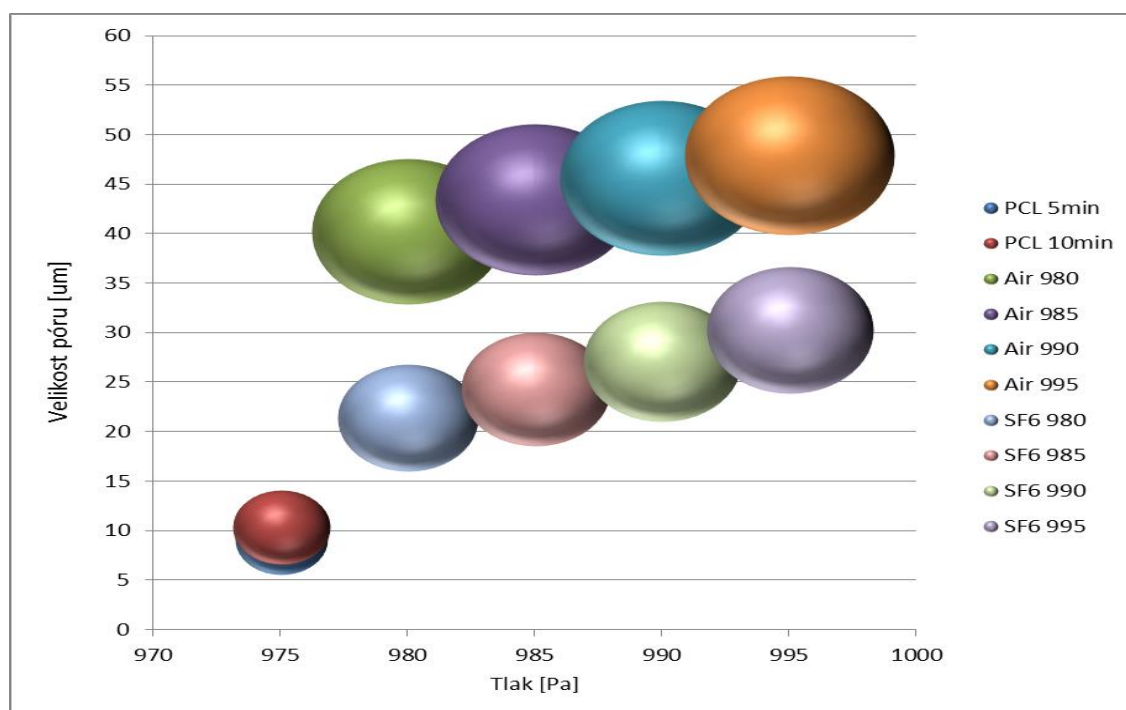
Tab. 5 Výsledné hodnoty velikosti pórů

PCL	Tlak	Vzdálenost	PA6	Tlak2	Vzdálenost
<b>PCL 5min</b>	975	9,130	<b>PA6 5min</b>	975	6,448
<b>PCL 10min</b>	975	10,336	<b>PA6 10min</b>	975	7,328
<b>PCL Vzduch</b>	980	40,225	<b>PA6 Vzduch</b>	980	20,061
	985	45,453		985	25,809
	990	44,638		990	29,519
	995	47,912		995	32,936
<b>PCL SF6</b>	980	21,409	<b>PA6 SF6</b>	980	10,227
	985	24,257		985	13,416
	990	27,107		990	17,305
	995	30,232		995	20,655





Obr. 10.4 Graf PA6 - velikosti pórů



Obr. 10.5 Graf PCL- velikosti pórů

## 10.2 Měření prodyšnosti

Měření prodyšnosti nanovlákených struktur bylo provedeno pro zjištění vlivu působícího plynu na výsledný materiál v závislosti na množství přídavného média. Zejména vzorky ovlivněné vysokým tlakem, jejíž struktura je velmi nadýchaná s nízkou soudržností měříme na více místech testovaného vzorku s několikanásobným opakováním pro upřesnění výsledků. Hodnoty prodyšnosti jsou měřeny na základě tlakového spádu na zařízení METEFEM FF-12/A s upínací plochou  $1\text{cm}^2$  v závislosti na měnící se hodnotě tlakového spádu. Tlakový spád je možno nastavit v rozmezí hodnot 10-120 Pa. Testované vzorky se budou vyznačovat vysokou rozdílností prodyšnosti při použití nejnižších hodnot tlakového spádu. S ohledem na jemnost nanostruktury byly zvoleny tři kontrolní hodnoty tlakového spádu 10, 20 a 30 Pa.

## 10.3 Vlastnosti vybraných materiálových vzorků

Pro získání hodnot prodyšnosti byly vyrobeny vzorky z materiálu PA6 s použitím tlakového atmosférického vzduchu s tlakem navýšeným vždy o 5 Pa nad aktuální stav atmosféry na hodnoty 980, 985, 990 a 995 Pa po dobu 5 minut. Současně došlo k testování vzácného plynu  $\text{SF}_6^{(7.1)}$  pro zjištění vlivu na přetvoření nanostruktury v závislosti na vysoké hustotě plynu  $6,63\text{ kg/m}^3$ . Také vzácný plyn  $\text{SF}_6$  byl testován stejně jako vzduch při hodnotách 980, 985, 990 a 995 Pa také po dobu 5 minut. Pro danou hodnotu jsou vždy zhotoveny dva kontrolní vzorky nanostruktury. U finálních materiálů bylo provedeno měření na 3 místech a výsledné hodnoty nebyly průměrovány, ale hodnoceny individuálně souborem měření s rozsahem 10 až 30 Pa, který obsahoval celkově 90 měření porovnávané se základní nanostrukturou, která byla vyhotovena bez působení tlaku se statistickým rozptylem měření  $\pm 5\%$ . Nanostrukturu vyrobenou bez použití tlaku budeme nazývat základní, protože nám slouží ke srovnání měřených hodnot. Takováto struktura vzniká při běžném zvlákňování a díky minimu působících činitelů nedochází k navýšení jednotlivých vrstev nanostruktury, které se snažíme docílit pomocí vysokého tlaku v procesu zvlákňování. Základní nanostruktura byla zvlákňována po dobu 5 a 10 min. Na obr. 10. 6 je zařízení METEFEM FF-

---

<sup>(10.1)</sup> Fluorid sírový je výborný dielektrický plyn pro vysokonapěťové aplikace. Je chemicky inertní a plynný i při nízkých teplotách (teplota varu  $-63,8^\circ\text{C}$ ). Je nehořlavý, netoxický a nekorozivní. Má téměř pětkrát vyšší hustotu než vzduch. Fluorid sírový je využíván především v **elektrotechnickém průmyslu** jako elektrický izolátor v transformátorech. Jeho využití umožňuje jednodušší konstrukci vysokého a středněnapěťových spínačů. Takto vyrobené součástky jsou potom menší, tišší a s jednodušší údržbou. Využívá se i v **průmyslu polovodičů** jako leptadlo. Vysoká tepelná kapacita a nízká viskozita předurčuje fluorid sírový pro vysoce efektivní přenos tepelné energie. Fluorid sírový je také využíván pro svou inertnost při **tavení hořčíku a hliníku**.

12/A s rozmístěním průtoku a hodnoty vodního sloupce. V upínací hlavici (obr. 10. 7) je uložena nanostruktura připravena k měření prodyšnosti pomocí průtoku vzduchu otvorem 1 cm<sup>2</sup>.

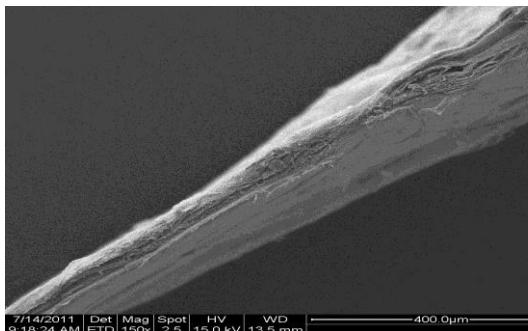


**Obr. 10.6** Měřicí zařízení METEFEM

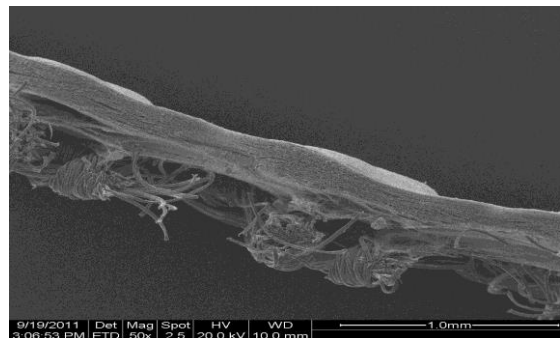


**Obr. 10.7** Nanostruktura upnutá v hlavici

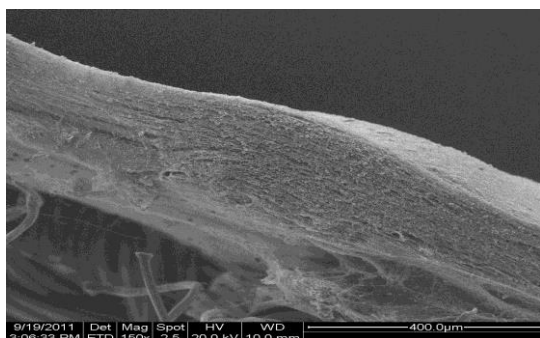
Naměřené hodnoty vzorků potvrdily, že se vzrůstající dobou zvlákňování klesá hodnota prodyšnosti jak u polymeru PA6 tak i pro PCL. Dále je patrné, že při použití nového typu kolektoru s působením tlaku vzduchu dochází ke zvýšení prodyšnosti základní nanostruktury obr 10. 8, díky zvětšení otvorů mezi nanovláknny obr 10. 9 a 10. 10 pomocí trysek kolektoru viz detail obr 10. 11.



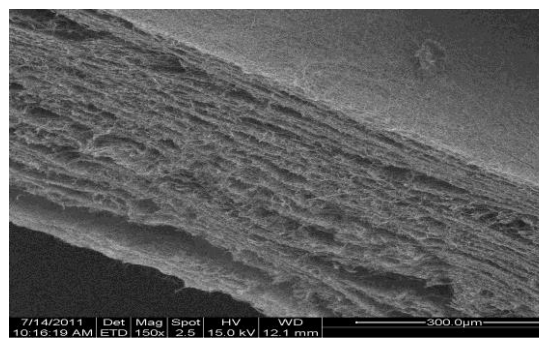
**Obr. 10.8** Standardní nanostruktura



**Obr. 10.9** Nanostruktura s použitím kolektoru

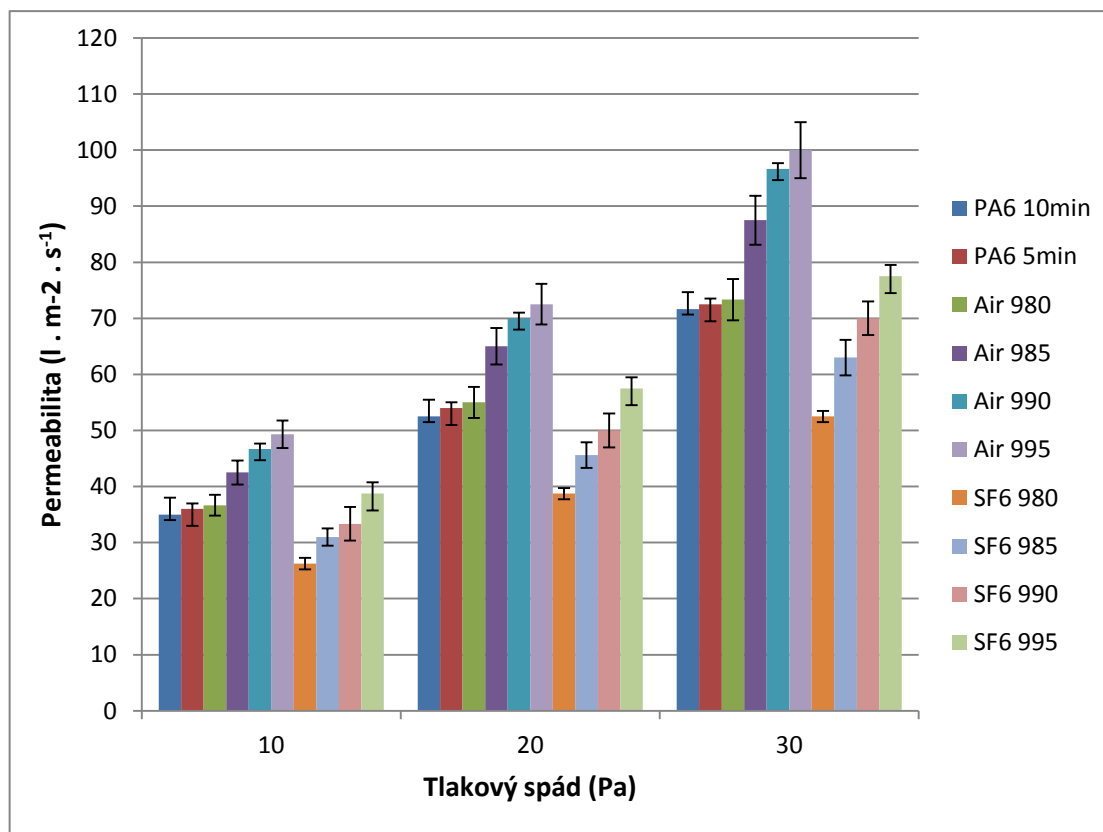


**Obr. 10.10** Detail tlakem ovlivněné struktury



**Obr. 10.11** Detail vnitřní struktury

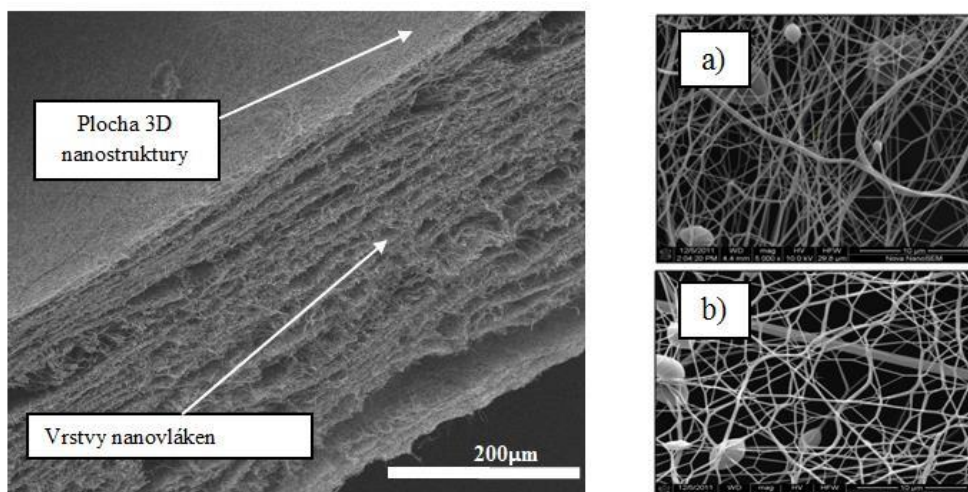
Všechny naměřené hodnoty prodyšnosti byly statisticky zpracovány v programu Excel, ve kterém byla použita metoda popisné statistiky. Kromě průměrné hodnoty, směrodatné odchylky a rozptylu, jsou získány i další důležité informace, které statisticky popisují chování datového souboru. Vztahy použité pro tyto výpočty jsou uvedeny v příloze 2. Je zřejmé, že naměřené hodnoty nijak nevybočují a lze je tedy použít k vyhodnocení a popisu procesu vzniku 3D nanostruktury. Výsledné závislosti vzorků PA6 zvláknovaných po dobu 5 minut se shodnou intenzitou elektrického napětí potvrdily, že se zvyšující hodnotou tlaku působícího proti směru letu nanovláken vzniká nová 3D nanostruktura vykazující vyšší prodyšnost v závislosti na hodnotě použitého tlaku, který nesmí překročit limitní hodnotu 1700 Pa. Při vyšší hodnotě tlaku dochází k nepříznivým vlivům rozrušující kompaktnost nanostruktury. Dále je patrné, že již nepatrné navýšení tlaku o 5 Pa proti základní hodnotě atmosférického tlaku má vliv na prodyšnost nanostruktury a to o hodnotu  $3 \pm 2\%$  vztažené k hodnotě vodního sloupce obr 10. 12.



Obr. 10.12 Experimentální měření PA6

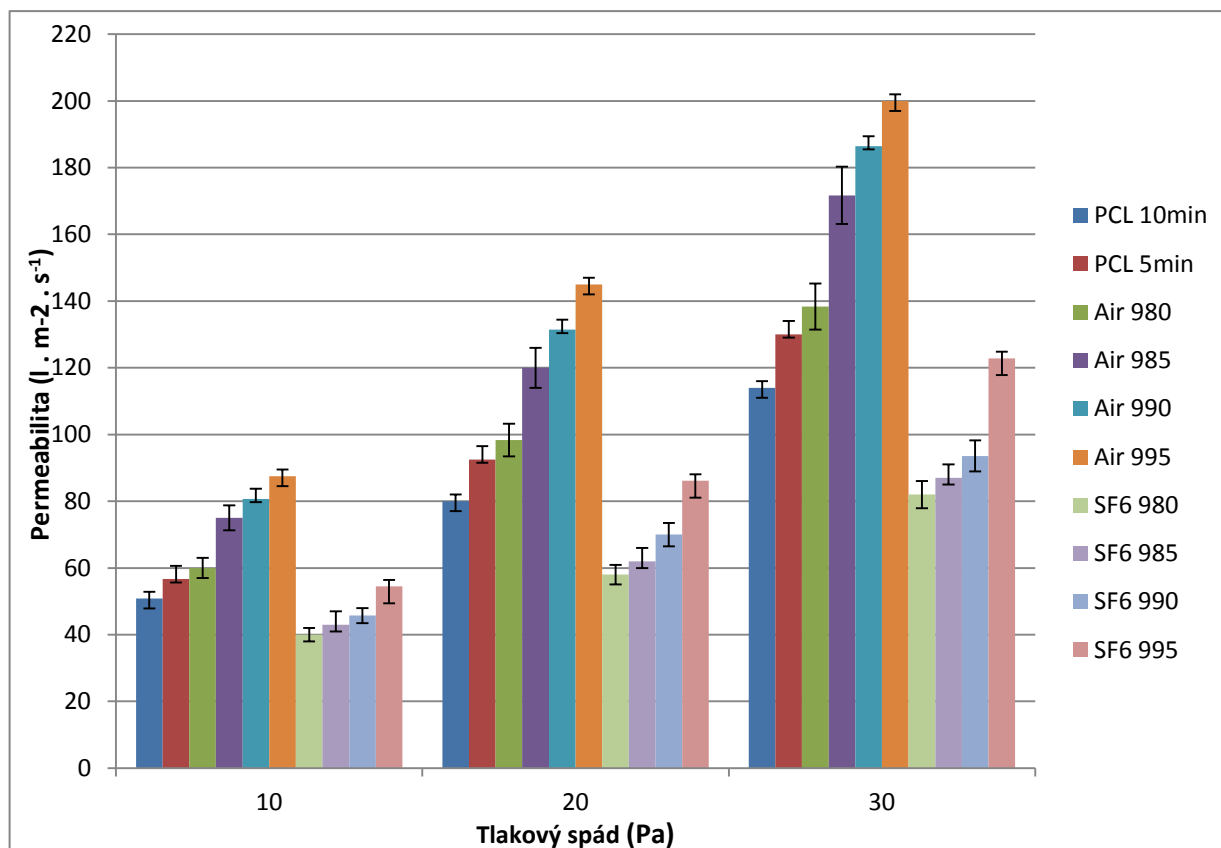
Tento exponenciální nárůst je viditelný u všech testovaných vzorků bez závislosti na hodnotě použité pro testování vzorků nanostruktury. Zásadní vliv na hodnoty prodyšnosti má použitý vzácný plyn SF6, díky kterému došlo ke snížení hodnot o 15% díky efektivnějšímu způsobu zvlákňování polymeru. Vzhledem k identickým hodnotám intenzity napětí, vzdálenosti a typu kolektoru je prokazatelná vyšší účinnost zvlákňování díky dielektrickým vlastnostem plynu SF6, který v nanolabu pravděpodobně způsobil ideálně izolované prostředí s minimalizací možností vzniku ztráty napětí do okolí. Tento izolační jev nám způsobil zefektivnění výroby a díky tomuto procesu došlo k navýšení množství nanovláken na jednotkovou plochu a následnému zvýšení objemu, což má za následek snížení prodyšnosti a současně zvýšení pevnosti nanostruktury jak bude testováno v následující části kapitoly. Porovnání vnitřní architektury zvlákňovaného polymeru PA6 a PCL po následném použití kolektoru je na obr 10. 13 citováno [52].





**Obr. 10.13** Exp. část – nanostruktura (vlevo); Detail (vpravo): a) PA6, b) PCL

Obdobnou charakteristiku prodyšnosti je možno pozorovat u vzorků polymeru PCL, který má tendenci při stejných hodnotách napětí vytvářet větší množství nanovláken s hustější maticí, mající za následek celkově nižší parametr prodyšnosti vzhledem k hodnotám dosaženým u nanostruktury tvořené z polymeru PA6. PCL struktura je díky těmto vlastnostem přirozeně odolnější použitému kritickému tlaku plynu, ale jeho hraniční hodnota 1700 Pa je natolik vysoká, že nebylo nutné navyšovat z důvodu působícího tlaku na hladinu polymeru. Zvlněná hladina polymeru má nepříznivý vliv na kvalitu procesu společně efektem strhávání kapek z drátové elektrody. Tímto byla hodnota 1700 Pa uznána za maximální možnou pro testování. Již potvrzené hodnoty navýšení tlaku o 5 Pa proti základní hodnotě atmosférického tlaku potvrdily i u materiálu PCL vliv na prodyšnost nanostruktury a to o hodnotu  $3 \pm 2\%$  vztažené k hodnotě vodního sloupce. Tento exponenciální nárůst je viditelný u všech testovaných vzorků bez závislosti na hodnotě použité pro testování vzorků nanostruktury. Také u PCL byl potvrzen vliv na hodnoty prodyšnosti má použitý vzácný plyn SF<sub>6</sub>, díky kterému došlo ke snížení hodnot o 15% díky efektivnějšímu způsobu zvlákňování polymeru obr. 10. 14.

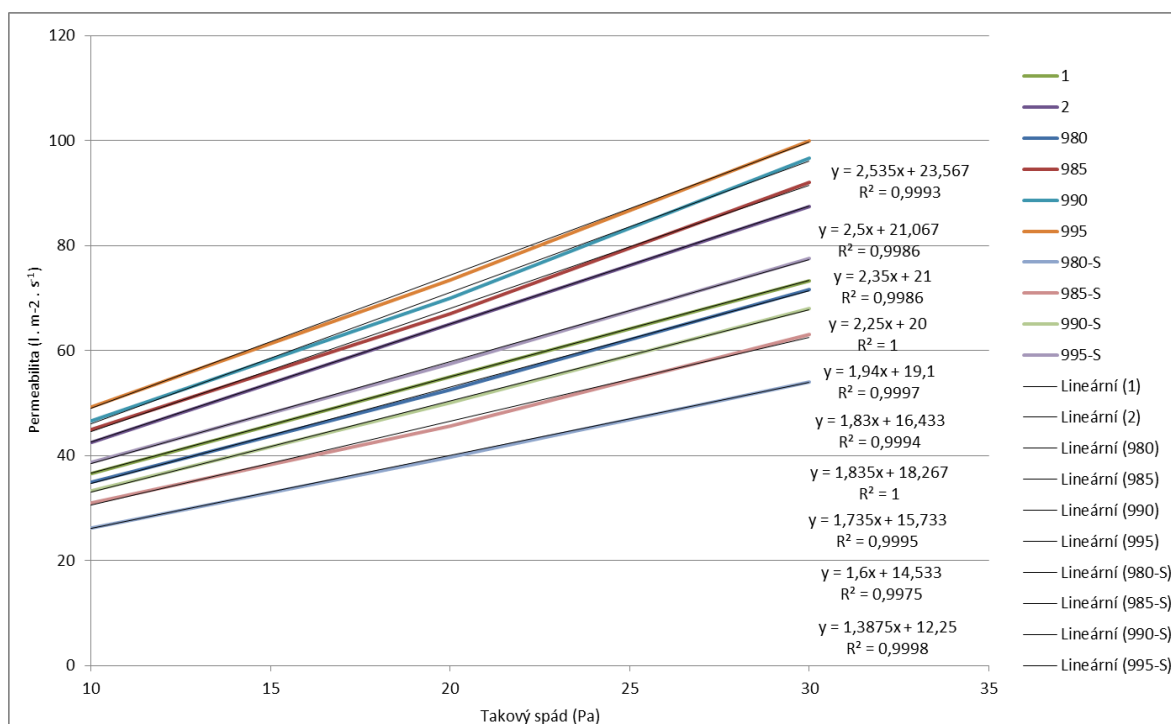


Obr. 10.14 Experimentální měření PCL

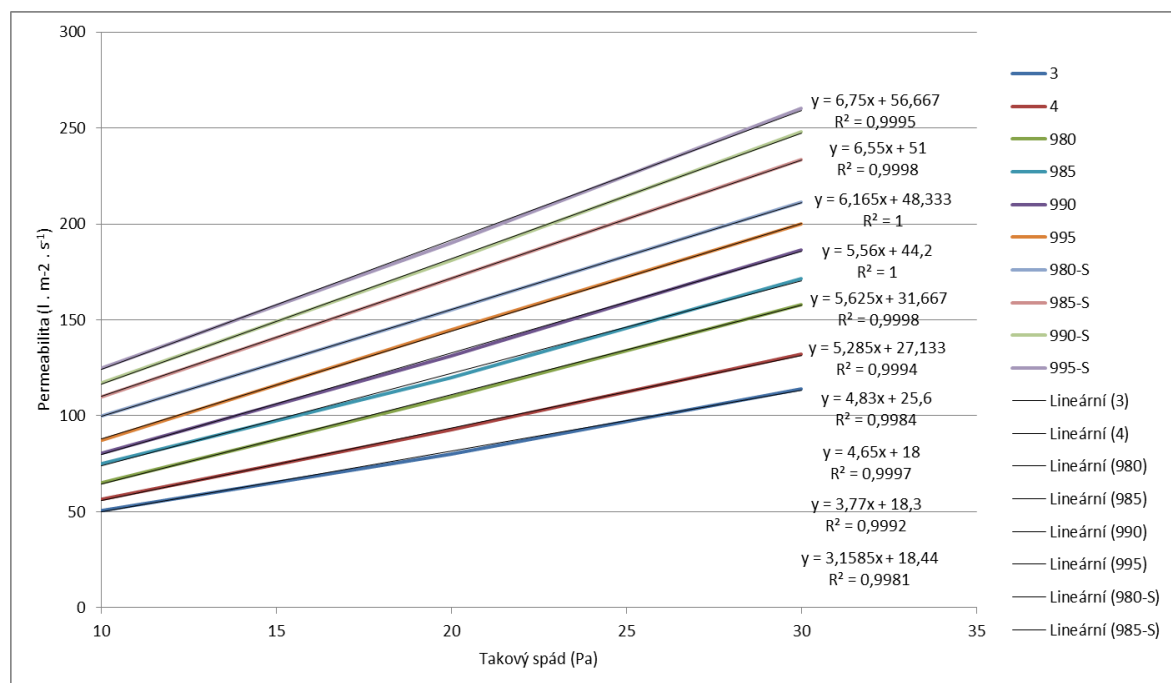
### 7.2.1 Způsoby řešení statistického modelu

Získané závislosti byly nahrazeny lineárními průběhy. O tom, jak se toto lineární nahrazení blíží skutečnému průběhu, ukazuje koeficient korelace, který je spolu s rovnicí nahrazující přímky taktéž uveden. Blíží-li se tento koeficient 1, lze hovořit o vysokém přiblížení k lineární závislosti a závislost lze tedy považovat za lineární obr. 10. 15 a 10. 16.





Obr. 10.15 Korelace výsledných hodnot PA6



Obr. 10.16 Korelace výsledných hodnot PCL

### 10.3.1 Popisná statistika (závislost prodyšnosti na tlaku)

Popisná statistika zjišťuje a sumarizuje informace, které jsou dále zpracovány formě grafů. Do výpočtu jsou zahrnuty číselné charakteristiky, jako je střední hodnota, chyba střední hodnoty, medián, modus, směrodatná odchylka, rozptyl výběru, špičatost, minimum, maximum a počet měřených veličin. Všechny tyto měřené hodnoty jsou zaznamenány v příloze 2 dizertační práce.

## 10.4 Test vlastností polymerů

Pro stanovení mechanických vlastností byla zvolena statická zkouška protržení s označením CBR test. Měření bylo provedeno na zkušebním zařízení LABTEST 4.050 katedry netkaných textilií v Liberci. Zařízení LABTEST 4.050 obr 10. 17, obsahuje digitální záznamové zařízení pro archivaci aktuálních dat v závislosti na čase, posuvu a měřených podmínkách. Rameno zkušebního zařízení bylo osazeno nejcitlivějším silovým snímačem hodnoty do 5N a indentorem průměru 5 mm obr. 10. 18. Průbojník je opatřen plochým koncem, jehož rychlost posuvu byla 150mm/min. Testovaná nanostruktura byla upnuta do svěrného zařízení kruhového obvodu s otvorem průměru 10 mm pro stejné vstupní podmínky u testování prodyšnosti. Rychlost průbojníku byla zaznamenávána do datové řady společně s působící silou externího zařízení pro měření jednoosého zatěžování. Test byl zastaven na po přerušení nanostruktury.

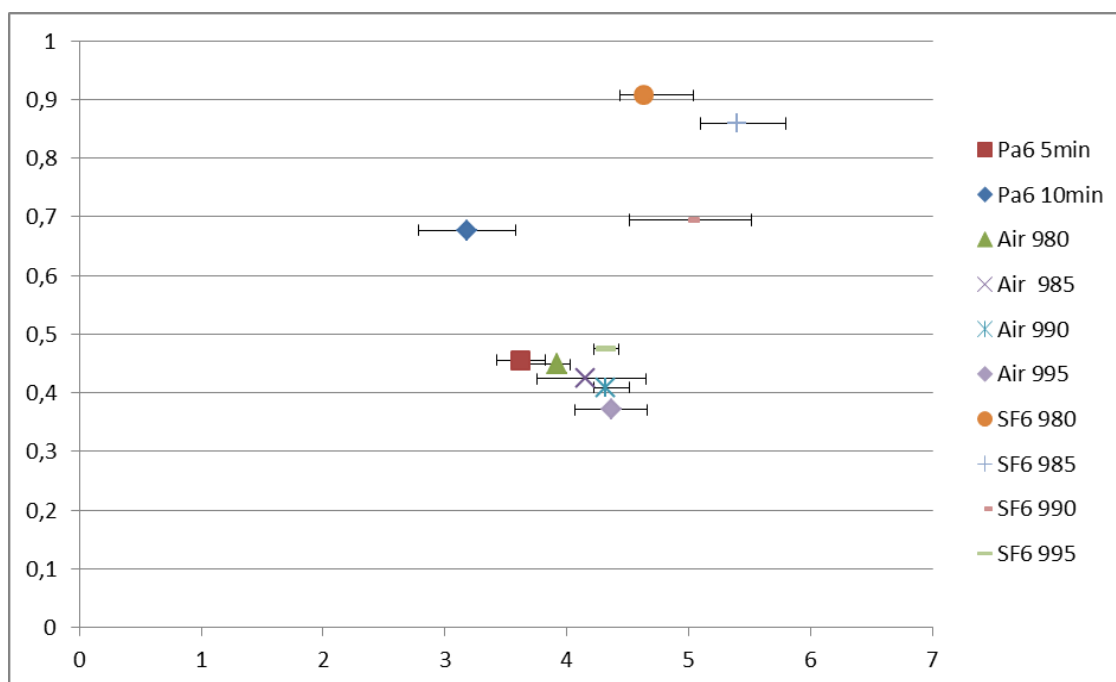


**Obr. 10.17** LABTEST 4.050

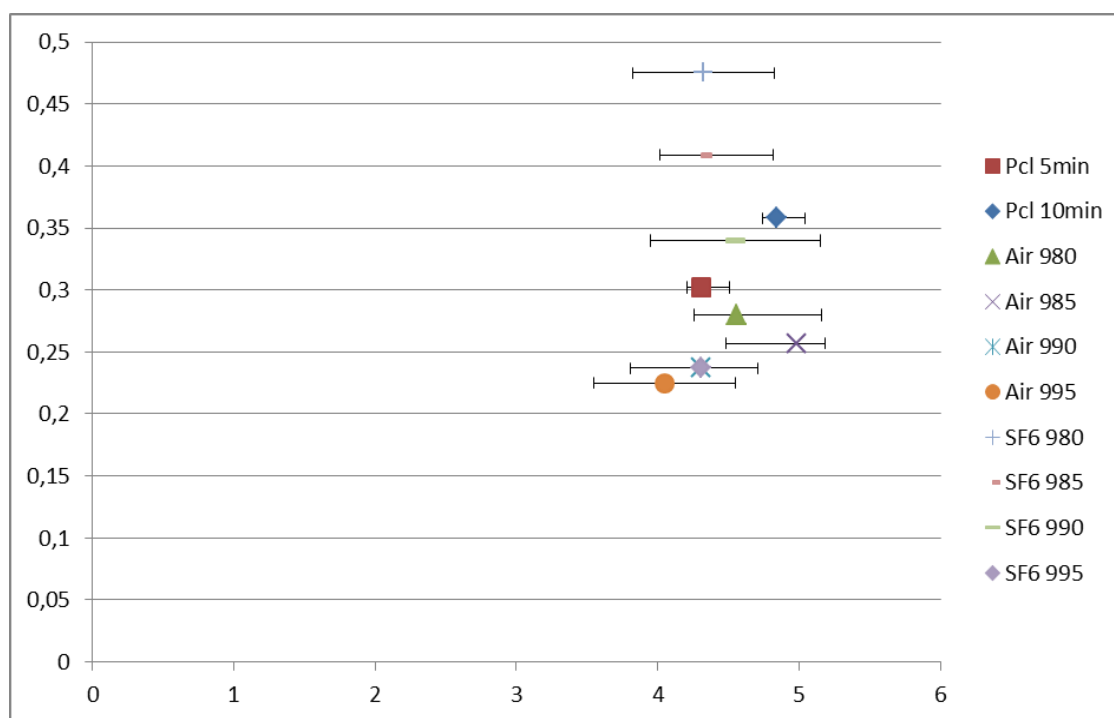


**Obr. 10.18** Upínací zařízení

Hodnoty pevnosti testovaných vzorků PA6 jsou uvedeny na obr. 10. 19 a 10. 20. Z výsledků měření prodyšnosti byl patrný vliv použití nového kolektoru na uspořádání nanostruktury. Pevnostní analýza potvrdila zvýšenou pevnost základní nanostruktury díky vyšší hodnotě plošného vrstvení nanovláken na jednotku plochy, naopak nanostruktura rozrušená vyšším tlakem vykazuje pevnost nižší až o  $10\% \pm 3\%$  v závislosti na množství použitého tlaku v procesu zvlákňování. Testování pevnosti pomocí indentoru také potvrdilo vliv fluoridu sírového na zvýšení kvality zvlákňovacího procesu, kdy je dosaženo vyššího množství nanovláken za jednotku času proti běžnému způsobu zvlákňování pomocí dielektrických vlastností plynu rozptýleném v prostoru zvlákňovací komory zařízení Nanospider NS-500E. Použitím SF6 s lehkým přetlakem 5 Pa je možno označit za dostatečné pro vyplnění prostoru zvlákňování s vytěsněním vzduchu atmosférického a tím získání ideálního prostředí pro zvlákňování, díky kterému vznikají vzorky s pevností vyšší o  $20 \pm 5\%$ . Data jsou doplněna o chybové úsečky, které vyjadřují standardní chybu měření. Je zřejmé, že chyba střední hodnoty je relativně nízká.



Obr. 10.19 Hodnoty maximální pevnosti PCL



Obr. 10.20 Hodnoty maximální pevnosti PCL

## 10.5 Závěr

Plošná směrová tryska jednoznačně ovlivňuje výsledné struktury nanovláken při použití tlakového plynu. Tyto vlastnosti byly prokázány měřením prodyšnosti a pevnosti experimentálních vzorků. Nový materiál je vhodný pro aplikaci buněk nepřesahující základní rozměr 30 nanometrů při použití biodegradabilního polymeru jako základní stavební struktury. Při použití plynu SF<sub>6</sub> dochází k zvýšení účinnosti procesu a pevnosti nanomateriálu.

## 11 Přínosy práce

V průběhu vývoje uzlových prvků stroje na výrobu modifikované nanovlákněné vrstvy a následného řešení dizertační práce byly prostřednictvím analýz, experimentů a modelových simulací zjištěny poznatky, které jsou přínosem pro vědní obor konstrukce a také pro praxi a aplikaci do průmyslové sféry.

### 11.1 Přínosy pro vědní obor

Přínosy dizertační práce pro vědní obor lze shrnout do následujících bodů:

Bylo prokázáno, že pomocí pevných nebo kapalných mikročástic nelze vytvořit pórovitou nanovlákněnou strukturu.

Bylo prokázáno, že použitím stlačeného plynu přiváděného do trysek kolektoru dochází ke změně struktury nanovláken. Výrazná je závislost změny struktury na množství dodávaného plynu do procesu, kdy je při navýšení tlaku viditelná změna velikosti póru společně se změnou počáteční prodyšnosti a pevnosti vzorků.

Prostřednictvím modelové simulace bylo prokázáno, že použití nového typu kolektoru s přídavkem plynu má vliv na uspořádání nanovláken a celkovou změnu vnitřní architektury nové nanostruktury pomocí tlaku působícímu proti směru tvorby nanovláken. Působení plynu má za následek omezení ukládání jednotlivých nanovláken či shluků nanovláken na kolektor, což vede ke vzniku pórů, které ovlivňují fyzikální vlastnosti výsledného produktu.

Dále bylo zjištěno, že je přímo ovlivněna tloušťka výsledného materiálu v závislosti na množství dodávaného plynu.

Prostřednictvím simulačního modelu lze vhodně popsat proudění plynu a jeho vliv na uspořádání nanovlákněné struktury, neboť výsledný průběh závislosti tlaku na deformaci je v dobré shodě s experimentálně naměřenými daty. Následně lze pomocí modelu vyjádřit např. vliv hodnoty tlaku na přetvoření struktury.

Bylo vysvětleno, že pro optimální výrobu 3D nanostruktury je nutné aplikovat předepsaný rozsah tlakového média, s ukázkou tvorby dvou modelů použitých polymerů, přičemž byly uvedeny možnosti řešení zohledňující požadavky současného stavu.

## 11.2 Přínosy pro praxi

Přínosy dizertační práce pro praxi lze shrnout do následujících bodů:

Byl navržen systém výroby 3D nanostruktury pomocí kolektoru, který je chráněn českým patentem č. 304099 „Způsob a zařízení k výrobě nanovláknenné textilie, zejména pro osazování živými organismy“ a byla podána přihláška evropského patentu. Následně byla provedena realizace funkčního vzorku kolektoru s aktivní regulací a měřením tlaku v kolektoru. Testovaný kolektor umožňuje vyrábět totožné nanostruktury v porovnání s původním kolektorem v procesu zvlákňování. Inovace v současnosti vyráběného kolektoru spočívá ve výraznějším zvětšení pórů a navýšení struktury.

Bylo zjištěno, že vybrané druhy polymerů pro zvlákňování vytváří při použití kolektoru vnitřní strukturu, která je optimální pro růst jednoduchých buněčných struktur v závislosti na velikosti póru a obohacení polymeru o živné roztoky. Byly vysvětleny podmínky, při kterých dochází k nejvýraznějšímu nárůstu pórů. Proto je nutné uvažovat limitující faktory, při navyšování tloušťky 3D nanostruktury. Pro zachování kvality nanostruktury, proto není vhodné překračovat povolené meze tlaku v kolektoru.

Byl proveden návrh měření získaných nanostruktur pomocí testu prodyšnosti, odolnosti na průraz a velikosti pórovitosti pomocí elektronového mikroskopu. Tento způsob měření je pro výrobce finančně nenáročnou alternativou využívající stávající zařízení nutné k provozu výroby pro nanovláknna. Dále byla sestavena metodika měření jednotlivých vzorků pro porovnání výsledků v celém rozsahu vyhotoveného výrobku.



## 12 Závěr a doporučení

Dizertační práce zaměřená na problematiku kolektorů pro výrobu 3D nanovláken, řeší klíčové problémy současného vývoje, jako je náhrada stávající nanostruktury za novou efektivněji využitelnou strukturu se snižováním výrobních nákladů. Tento komplexní multidisciplinární problém si vyžádal řadu analýz, teoretických studií měření a modelových simulací, které vedly ke splnění hlavního cíle dizertační práce. Tj. realizaci nové konstrukce funkčního modelu kolektoru pro výrobu 3D nanostruktury umožňující díky zvětšení pórů filtraci rozměrnějších částic a aplikace v biomedicině pro růst buněk.

Pro splnění hlavního cíle dizertační práce byly provedeny následující dílčí kroky:

- **Konstrukční materiály pro výrobu nanovláknenné struktury**

- Byly vytvořeny analýzy vybraných materiálů používaných pro výrobu nanovláknenných struktur pomocí elektrostatického zvlákňování (kap. 6), kde byly podrobně popsány základní chemické a fyzikální vlastnosti polymerů polyamidu 6 (PA6) a polylaktonu (PCL). Následně byla popsána metodika přípravy chemického roztoku pro elektrospinningové zvlákňování (kap. 6. 2. 2).

- **Testování přídavných materiálů elektrospiningu**

- Sestavení a realizace experimentu pro aplikaci přídavného materiálu  
Aplikace pevných částic, kapalin a plynů do procesu zvlákňování a návrh zařízení s tryskou pro vytvoření 3D nanostruktury

- Byl proveden návrh konstrukce zařízení pro aplikaci přídavného materiálu do prostoru zvlákňování polymeru. Pomocí jednoduché konstrukce bylo otestováno několik druhů barviv a olejů z tlakových rozprašovačů, které byly určeny jako nevyhovující z důvodu vysokého znehodnocení podkladové textilie. Byla identifikována nevhodnost výskytu hnacího média butanu v prostoru elektrostatického zvlákňování (kap. 4. 3). Provedly se proto nové návrhy přídavných materiálů s využitím zařízení pro aplikaci pevných částic pomocí tlakového vzduchu (kap. 4. 2). Konstrukce umožňovala použít testovací materiály vápenec, pojivo, bakterie, železo, vodu a vzduch díky které byly získány první reálné vzorky 3D nanostruktury s přídavným materiálem doplněné snímky z elektronové mikroskopie. Tato metodika byla vyhodnocena jako výhodná

pro výrobu finálního výrobku z nanovláken s aktivním přídavným materiálem, který je využíván jako nosič mezi nanovláknky.

Konstrukce pro konvertované vertikální zvlákňování

- Byla provedena realizace konstrukce pro konvertované vertikální zvlákňování využívající obrácený způsob zvlákňování polymeru shora dolů, umožňující testování nových typů látek s ohledem na zvlákňování do jiného prostředí (kap. 4. 4). Konstrukce umožňuje testování kapalin a plynů, které mají způsobit rozvrstvení jinak velice těsně uspořádané struktury nanovláken přitahované k ocelovému kolektoru uloženého na spodní části kolektoru. Kolektor navíc umožňuje řízené vhánění plynu. Při testování se tato metodika zvlákňování do jiného prostředí neosvědčila, při použití dielektrických plynů docházelo pouze k omezení zvlákňovacího procesu bez získání rozvrstvené 3D nanostruktury. Tuto konstrukci lze doporučit pro další zkoumání při využití plynů v procesu konvertovaného vertikálního zvlákňování.

- **Konstrukce funkčního modelu aktivně řízeného kolektoru pro výrobu 3D nanostruktury**

- Konstrukční návrh aktivního řízení kolektoru

Studium konstrukčního uspořádání zvlákňovacího zařízení v elektrostatickém poli s ohledem na výběr a návrh konstrukční provedení.

- Byl proveden návrh konstrukce modelu kolektoru s aktivně řízenou regulací plynu (kap 7). Na základě rešerže (kap. 5. 1) současného stavu řešení konstrukcí pro výrobu 3D nanostruktury byla zvolena varianta řízeného kolektoru. Provedly se proto 3 základní návrhy řešení konstrukčního uspořádání kolektorů (kap. 7. 1) ze kterých byl vybrána nejvýhodnější konstrukce s ohledem na automatizaci procesu zvlákňování. Základní CAD model byl přepracován v programu Inventor 2013 do 3D modelu, který byl dále převeden ve formátu STEP do programu Comsol pro simulaci proudění a simulaci vlivu proudění na výslednou nanostrukturu.

Sestavení modelové simulace aktivně řízeného kolektoru v prostředí MKP pro optimalizace konstrukčního návrhu pro posouzení vlivu působícího média na povrch nanostruktury.

- Byly vytvořeny komplexní modelové simulace v prostředí metody konečných prvků, ze kterých bylo zjištěno, při jakém tlaku je struktura trvale přerušena, což je důležité

z hlediska studie kritických hodnot použitého tlaku v aktivně řízeném kolektoru. Pomocí parametrů použitých v MKP byl stanoven i časový průběh přetvoření vláknenné struktury (kap. 8. 3). Pomocí simulace kolektoru bylo zjištěno, že působící tlak má vliv na reorganizaci nanostruktury, lze jej tedy použít pro realizaci funkčního modelu.

- **Testování funkčního modelu aktivně řízeného kolektoru**

Sestavení a realizace experimentu pro měření a testování funkčního modelu

Realizace experimentálního zařízení pro vytvoření nové 3D nanostruktury.

- Byla provedena realizace funkčního modelu simulovaného řešení aktivně řízeného kolektoru podle návrhu 3D modelu s popisem konstrukčního řešení (kap. 9), který byl optimalizován na měřicím zařízení katedry energetických zařízení pro optimální průtok plynu (kap. 9.1). Konstrukce je chráněna patentem 304099 viz příloha.

Sestavení metodiky měření pro vzniklou 3D nanostrukturu, pro získání mechanických vlastností, zejména odezvy materiálu při působení proudícího tlaku

- Metodika měření získané 3D nanostruktury byla vedena ve smyslu od nejméně náročných po silně deformační testování. Bylo nejdříve provedeno zkoumání elektronovým mikroskopem se statistickým měřením velikosti pórů v závislosti na dodaném množství tlaku a druhu plynu do aktivně řízeného kolektoru (kap. 10. 1). Dále byla provedena měření prodyšnosti na katedře textilní, díky kterému byl ověřen vliv dodaného tlaku a zvlákněného polymeru na prodyšnost nanostruktury (kap. 10. 2). Poslední test byl věnován zkoušce protržení indentorem pro zjištění odolnosti nové nanostruktury pro filtrační aplikace (kap. 10. 3).

- **Porovnání a posouzení zvlákněné 3D nanostruktury**

Provedení statistického vyhodnocení nanovláken ve vzorcích nové 3D nanostruktury s využitím obrazové analýzy

- Byla provedena studie zařízení pro měření mechanických vlastností, optickou kontrolu a vzájemné porovnání zvlákněných polymerů (kap. 10). Byly sestaveny metodiky měření a realizovány experimenty se vzorky při statickém i dynamickém testování (kap. 10. 2 a 10. 3). V závislosti na dostupných měřicích zařízení ve spolupráci Technické univerzity v Liberci a společnosti Elmarco s.r.o. Chemická příprava materiálů pro zvláknování, výroba a zkoumání nanovlákených struktur pomocí elektronové mikroskopie probíhala v prostorách firmy Elmarco s.r.o, měření prodyšnosti, odolnosti proti průrazu a statistické vyhodnocení obrazové analýzy bylo vyhotoveno na zařízení Technické univerzity v Liberci ve spolupráci s Fakultou textilní.

Vyhodnocení vybraných mechanických vlastností vzorků a porovnání a posouzení vzorků nové 3D nanostruktury s nanostrukturou v současnosti vyráběné.

- Bylo provedeno měření mechanických vlastností se zkoumáním vnitřní nanostruktury a vlivu přídavného tlaku vzduchu na celkovou pevnost vzorku (kap. 10. 3). S ohledem na původní nanostrukturu tvořenou bez přídavného tlaku z kolektoru je porovnávána nová 3D struktura se strukturou původní díky snímků z elektronového mikroskopu (kap. 10. 1).

### **Doporučení**

Pro zpřesnění a doplnění uvedených výsledků stanovených experimentálně a pomocí modelových simulací doporučuji následující postup:

- Testování a výzkum vybraných druhů polymerů pro zvlákňování při použití nového typu kolektoru, realizovat měření a porovnání na vzorcích a komplexních strukturách. Experimentální měření by mohly být provedeny ve spolupráci Technické univerzity v Liberci a společnosti Elmarco, případně na ústavu CxI.
- Provést analýzy a důkladné studie pórů organických a anorganických polymerů, které jsou nezbytnou součástí výrobního programu. Navrhuji provést modelové simulace umožňující posuzovat případné řízení pórů ve struktuře pomocí korekce trysek a dále výsledky modelových simulací verifikovat s experimenty využitím elektronových mikroskopů.
- Výzkum vybraných typů organických polymerů zvlákněných pomocí kolektoru pro různé tlaky s obohacením o živné látky podporující růst buněčné struktury s porovnáním na funkčních vzorcích s kvantifikováním výsledků vlivu tlaku na otvory a uchycení buněk. Experimenty mohou být provedeny ve spolupráci ústavu CxI a týmu organické chemie fakulty textilní.

## Literatura

- [1] Lukas,D., Mikes,P: Nanoporous artifical proboscis for probing minute amount of liquids, Royal Society of Chemistry, 2011: 11.
- [2] Monaenkova,D Kornev,K.G: Colloid Interface Science, 2010: 240-249
- [3] Neimark,A.V Retsch,S: Nano Lett. 2003: 419-423
- [4] Jirsák, O. – Sanetrník, F. – Lukáš, D. – Kotek, V. – Chaloupek, J. – Martinová, L.: Kontinuálně pracující prototyp zařízení pro výrobu nanovláknenných vrstev, patent, 2004.
- [5] Morton, W. J.: Method of dispersing fluids, U.S. Patent 0,705,691, 1902.
- [6] Formhals, A.: Process and apparatus for prepareing artificial threads, U.S. patent 1,975,504, 1934.
- [7] Larrondo L, Manley RSJ. Electrostatic fiber spinning from polymer melts. I. Experimental observations on fiber formation and properties. J Polym Sci Polym Phys Ed 1981;19:909 –20.
- [8] Bognitzki M, Frese T, Steinhart M, Greiner A, Wendorff JH. Preparation of fibers with nanoscaled morphologies: electrospinning of polymer blends. Polym Eng Sci 2001;41:982 – 9.
- [9] Bognitzki M, Wendorff JH, Greiner A. Submicrometer shaped polylactide fibers by electrospinning. Polym Prep (ACS, PMSE) 2000;82:115 –6.
- [10] Buer A, Ugbohue SC, Warner SB. Electrospinning and properties of some nanofibers. Textile Res J 2001;71:323 –8.
- [11] Warner SB, Buer A, Ugbohue SC, Rutledge GC, Shin MY. M98-D01 A fundamental investigation of the formation and properties of electrospun fibers. Department of Textile Sciences, University of Massachusetts Dartmouth; Department of Chemical Engineering and Material Sciences, Massachusetts Institute of Technology Cambridge, 2000.
- [12] Reneker DH, Yarin AL, Fong H, Koombhongse S. Bending instability of electrically charged liquid jets of polymer solutions in electrospinning. J Appl Phys 2000;87:4531 –47.
- [13] Torres B. Ultrafine fibers of polystyrene dissolved in tetrahydrofuran prepared using electrospinning method. National Conference of Undergraduate Research, Lexington: University of Kentucky; 2001.
- [14] Koombhongse S, Liu W, Reneker DH. Flat ribbons and other shapes by lectrospinning. J Polym Sci, Polym Phys Ed 2001;39:2598 –606.
- [15] Diaz-de-Leon MJ. Electrospinning nanofibers of polyaniline and polyaniliney (polystyrene and polyethylene oxide) blends. National Conference of Undergraduate Research, Lexington: University of Kentucky; 2001.
- [16] MacDiarmid AG, JonesWE, Noris ID, et al. Electrostatically- generated nanofibersof electronic polymers. Synthetic Met 2001;119:27 –30.
- [17] Bognitzki M, Hou H, Ishaque M, et al. Polymer, metal, and hybrid nano- and mesotubes by coating degradable polymer template fibers (TUFT process). Adv Mater 2000;12:637 –40.
- [18] Preparation and Characterization of Nanoscaled Poly(vinyl alcohol) Fibers via Electrospinning Bin Ding, Hak-Yong Kim\*, Se-Chul Lee, Douk-Rae Lee, and Kyung-Ju Choi1 Department of Textile Engineering, Chonbuk National University, Chonju 561-756, Korea 1American Air Filter International, PA 10300, USA (Received February 4, 2002; Revised April 22, 2002; Accepted April 29, 2002)
- [19] The effect of temperature and humidity on electrospinning S. De Vrieze Ć T. Van Camp Ć A. Nelvig Ć B. Hagstro Ć m Ć P. Westbroek Ć K. De Clerck Journal of Biomechanics 40 (2007) 1686–1693 Engineering controllable anisotropy in electrospun biodegradable nanofibrous scaffolds for musculoskeletal tissue engineering
- [20] Wan-Ju Lia,1, Robert L. Maucka,1,2, James A. Cooperb, Xiaoning Yuana, Rocky S. Acta Biomaterialia 7 (2011) 2544–2557Increasing electrospun scaffold pore size with tailored collectors for improved cell penetration
- [21] Cedryck Vaquette, Justin John Cooper-White Cell infiltration and growth in a low density, uncompressed three-dimensional electrospun nanofibrous scaffoldBryan
- [22] A. Blakeney a,1, Ajay Tambralli a,1, Joel M. Anderson a, Adinarayana Andukuri a, Dong-Jin Lim a, Derrick R. Dean b, Ho-Wook Jun a,\* Biomaterials 32 (2011) 1583e1590 Sciatic nerve regeneration in rats by a promising electrospun collagen/poly(e- caprolactone) nerve conduit with tailored degradation rate
- [23] Yu W, Zhao W, Zhu C, Zhang X, Ye D, Zhang W, Zhou Y, Jiang X, Zhang Z - BMC Neurosci (2011) Biomaterials 25 (2004) 877–886 Aligned biodegradable nanofibrous structure: a potential scaffold for blood vessel engineering
- [24] C.Y.Xua,b,\*, R. Inaic, M. Kotakib, S. Ramakrishna a,b,c Aligned biodegradable nanofibrous structure: a potential scaffold for blood vessel engineering
- [25] Klučáková, Martina. Základy makromolekulární chemie. Brně: VUT v Brně, 2008. s. 14.
- [26] Making Packaging greener – Biodegradable plastics, 2002, Australian Academy of Science

- [27] Gassner F., Owent A.J.: Physical properties of poly ( $\beta$ -hydroxybutyrate) – poly ( $\epsilon$  caprolactone) blends, *Polymer* 1994, s. 2233-2236
- [28] Szmigaj, J., Zakowska, Z., Klimek, L., Rosicka-Kaczmarek, J., Bartowiak, A.: Assessment of polylactid foil degradation as a result of filamentous fungi activity, *Polish Journal of Environmental Studies* 2008, s. 335–341
- [29] Kale, G., Kijchavengkul, T., Auras, R., Rubino, M., Selke, S. E., Singh, S. P.: Compostability of bioplastic packaging materials: an overview, *Macromolecular Bioscience* 2007, s. 255–277
- [30] Bajgai, M. P., Kim, K. W., Parajuli, D. C., Yoo, Y. C., Kim, W. D., Khil, M. S., Kim, H. Y.: In vitro hydrolytic degradation of poly(3- caprolactone) grafted dextran fibers and films, *Polymer Degradation and Stability* 2008, s. 2172–2179
- [31] Corradini, E. Mechanical, thermal and morphological properties of poly( $\epsilon$ - caprolactone)/zein blends. *Polymers for advanced technologies*. 2007, s. 340-345
- [32] C.T. Nguyena, T. Vu-Khanha ] Puncture characterization of rubber membranes, *Theoretical and Applied Fracture Mechanics*, September 2004, Pages 25–33
- [33] WH Yang, KH Hsu Indentation of a circular membrane *J. Appl. Mech*, 38 (1971), pp 227-230
- [34] M. Mooney A theory of large elastic deformation *J. Appl. Phys*, 11 (1940), pp. 582–592
- [35] Y. Wang, et al., "Modeling and fabrication of electrospun polymer nanofibers with tailored architectures for tissue engineering scaffold applications," *Computational Intelligence for Measurement Systems and Applications*, CIMS '09, IEEE International Conference on , 11-13 May 2009, pp.226-229
- [36] X. Wang, H. Niu, X. Wang, T. Lin, "Needleless Electrospinning of Uniform Nanofibers Using Spiral Coil Spinnerets," *Journal of Nanomaterials*, Volume 2012, Article ID 785920, pp.1-9, 2012, [doi:10.1155/2012/785920](https://doi.org/10.1155/2012/785920)
- [37] A. Suzuki, K. Arino, "Polypropylene nanofiber sheets prepared by CO<sub>2</sub> laser supersonic multi-drawing, " *European Polymer Journal*, Vol. 48, No.7, 2012, pp. 1169-1176. [doi:10.1016/j.eurpolymj.2012.04.003](https://doi.org/10.1016/j.eurpolymj.2012.04.003)
- [38] L. Dong, Y. Liu, R. Wang, W.M.Kang, B.W. Cheng, "Mathematical Model of Electric field distribution at a critical state in bubble electrospinning, " *Journal of Fiber Bioengineering and Informatics*, Vol. 3, No. 2, Textile Bioengineering and Informatics Society, pp. 117-120, 2010.
- [39] M. Petru, O. Novak, P. Lepsik, "Increase of the efficiency of the production lines for the spinning of inorganic nanofibers by the electrostatic field intensity optimization," *MM Science Journal*, December, 2012, pp. 382-385. [http://www.mmscience.eu/archives/MM\\_Science\\_201217.pdf](http://www.mmscience.eu/archives/MM_Science_201217.pdf)
- [40] D. Herak, A. Kabutey, M. Divisova, S. Simanjuntak, "Mathematical model of the mechanical behavior of *Jatropha curcas* L. seed under compression loading," *Biosystems Engineering*, Vol. 114, No. 3, 2013, pp. 279-288.
- [41] M. Dekys, O. Broncek, "Measuring strain of the lattice towers," *Communications – Scientific Letters of the University of Zilina*, Vol. 14, No. 3, 2012, pp. 39-42. [http://www.uniza.sk/komunikacie/archiv/2012/3/3\\_2012en.pdf](http://www.uniza.sk/komunikacie/archiv/2012/3/3_2012en.pdf)
- [42] D. Vejrych, L. Sevcik, "Assesing the distribution of deformation in layers in 3D nanostructures spinning into another space," *Proceedings of the 5th International Mechanical Engineering Forum*, Prague, 20-22 June 2012, pp. 962-970.
- [43] Z.Bittnar, J. Sejnoha "Numerical methods in structural mechanics," Pitman Monographs and Surveys in Pure and Applied Mathematics, Thomas Telford Publications, London, 1996.
- [44] M. Petru, O. Novak, D. Herak, S. Simanjuntak, "Finite element method model of the mechanical behavior of *Jatropha curcas* L. seed under compression loading," *Biosystems Engineering*, Vol. 111, No. 4, 2012, pp. 412-421. [doi:10.1016/j.biosystemseng.2012.01.008](https://doi.org/10.1016/j.biosystemseng.2012.01.008)
- [45] J. Jedrysiak, "Free vibrations of thin periodic plates interacting with an elastic periodic foundation," *International Journal of Mechanical Sciences*, Vol. 45, No. 8, 2003, pp. 1411-1428. [doi: 10.1016/j.ijmecsci.2003.09.011](https://doi.org/10.1016/j.ijmecsci.2003.09.011)
- [46] I.E. Avramidis, K. Morfidis "Bending of beams on the three-parameter elastic foundation," *International Journal of Solids and Structures*, Vol. 43, No. 2, 2006, pp. 357-375. [doi:10.1016/j.ijsolstr.2005.03.033](https://doi.org/10.1016/j.ijsolstr.2005.03.033)
- [47] S. K. Papachristou, D.S. Sophianopoulos "Buckling of Beams on Elastic Foundation Considering Discontinuous (Unbonded) Contact," *International Journal of Mechanics and Applications*, Vol.3, No. 1, 2013, pp. 4-12.
- [48] K.Rektorys, "Varitional Methods in Mathematics, Science and Engineering," 2th Edition, D.Reidel Publishing Company, Boston, 1980.
- [49] M.Krizek, P. Neittanmaki "Finite Element Approximation of Variational Problems and Applications," Pitman Monographs and Surveys in Pure and Applied Mathematics, 50.Longman Scientific and Technical Publications, copublished by John Wiley and Sons, Inc., New York, 1990.
- [50] M. Komarek, L. Martinova, "Design And Evaluation Of Melt-Electrospinning Electrodes," *Proceedings of 2nd NANOCON International Conference*, Olomouc, 12-14 October 2010, pp. 72-77.
- [51] R. Wienands, W. Joppich, "Practical Fourier Analysis For Multigrid Methods," Chapman & Hall/CRC, 2005, pp. 217
- [52] D.Vejrych, Assessing the distribution of deformation in layers in 3D nanostructures spinning into another space. Praha, 20 June 2012 pp 70-76



## Seznam vědeckých a odborných publikací autora

1. Assessing the distribution of deformation in layers in 3D nanostructures spinning into another space  
Druh výsledku: D - Článek ve sborníku, Název dokumentu: 5th International Mechanical Engineering Forum Praha, Konsolidovaný rok uplatnění výsledku: 2012.
2. Construction for High pressure application on SD Nanofibers  
Druh výsledku: D - Článek ve sborníku, Název dokumentu: Advances in Mechanisms design, Konsolidovaný rok uplatnění výsledku: 2012.
3. Construction of Nodal Elements for the Production of Nanofibers  
Druh výsledku: D - Článek ve sborníku, Název dokumentu: 53rd International Conference of Machine Design Departments, Konsolidovaný rok uplatnění výsledku: 2012.
4. Influence of high pressure and SF6 for the creation of nanofibers  
Druh výsledku: D - Článek ve sborníku, Název dokumentu: Recenzovaný sborník příspěvků interdisciplinární mezinárodní vědecké konference QUAERE 2012, Konsolidovaný rok uplatnění výsledku: 2012.
5. Technologie vhnání přídavných materiálů do nanovlákněné struktury  
Druh výsledku: D - Článek ve sborníku, Název dokumentu: INInet, Konsolidovaný rok uplatnění výsledku: 2012.
6. Technology for biodegradable nanofibers  
Druh výsledku: D - Článek ve sborníku, Název dokumentu: Konstruování - Green Engineering, Konsolidovaný rok uplatnění výsledku: 2012.
7. Equipment for the preparation of nanofibres  
Druh výsledku: D - Článek ve sborníku: 4th International Mechanical Engineering Forum Prague, Konsolidovaný rok uplatnění výsledku: 2011.
8. Methods for creating of 3D nano material, Structure and Structural Mechanics of Textiles  
Druh výsledku: D - Článek ve sborníku, 18th International Conference, TU Liberec, Konsolidovaný rok uplatnění výsledku: 2011.
9. The theoretical method of calculating the attractive forces between the nanofibres,  
Druh výsledku: D - Článek ve sborníku: International conference of mathematic 2011, Liberec, Konsolidovaný rok uplatnění výsledku: 2011.
10. The modification of the linear polymer injector using DLC layers  
Druh výsledku: D - Článek ve sborníku, Technologické fórum 2010, Konsolidovaný rok uplatnění výsledku: 2010.
11. School use of PLM systems  
Druh výsledku: D - Článek ve sborníku, mezinárodní vědecká konference kateder částí a mechanismů strojů, Konsolidovaný rok uplatnění výsledku: 2010.
12. Optimization of batching plant polymer working in high-voltage field  
Druh výsledku: D - Článek ve sborníku, Název dokumentu: TSO 2009 Proceedings, Konsolidovaný rok uplatnění výsledku: 2009.
13. Research of batching plant polymer working in high-voltage field  
Druh výsledku: D - Článek ve sborníku, Název dokumentu: 50. mezinárodní vědecká konference kateder částí a mechanismů strojů, Konsolidovaný rok uplatnění výsledku: 2009.

## Funkční vzorky

### 1. Funkční model nanášecí hlavice s keramikou

Druh výsledku: G/B - Funkční vzorek, Předkladatel výsledku: Technická univerzita v Liberci / Fakulta strojní, Technická univerzita v Liberci / Ústav pro nanomateriály, pokročilé technologie a inovace, Dodavatel výsledku: MPO, MŠMT, Konsolidovaný rok uplatnění výsledku: 2012.

### 2. Zařízení na výrobu anorganických nanovláken se čtyřmi jednotkami

Druh výsledku: G/B - Funkční vzorek, Předkladatel výsledku: Technická univerzita v Liberci / Fakulta strojní, Technická univerzita v Liberci / Ústav pro nanomateriály, pokročilé technologie a inovace, Dodavatel výsledku: MPO, MŠMT, Konsolidovaný rok uplatnění výsledku: 2012.

### 3. Nová zvlákňovací hlava s dávkováním

Druh výsledku: G/B - Funkční vzorek, Předkladatel výsledku: Technická univerzita v Liberci / Fakulta strojní, Dodavatel výsledku: MŠMT, Konsolidovaný rok uplatnění výsledku: 2010.

### 4. Zařízení modifikující nanovláknenné vrstvy

Druh výsledku: G/B - Funkční vzorek, Předkladatel výsledku: Technická univerzita v Liberci / Fakulta strojní, Dodavatel výsledku: MŠMT, Konsolidovaný rok uplatnění výsledku: 2010.

### 5. Tangenciální magnetické spojky

Druh výsledku: G/B - Funkční vzorek, Předkladatel výsledku: ELMARCO s.r.o., Technická univerzita v Liberci / Fakulta strojní, Dodavatel výsledku: MPO, Konsolidovaný rok uplatnění výsledku: 2009.

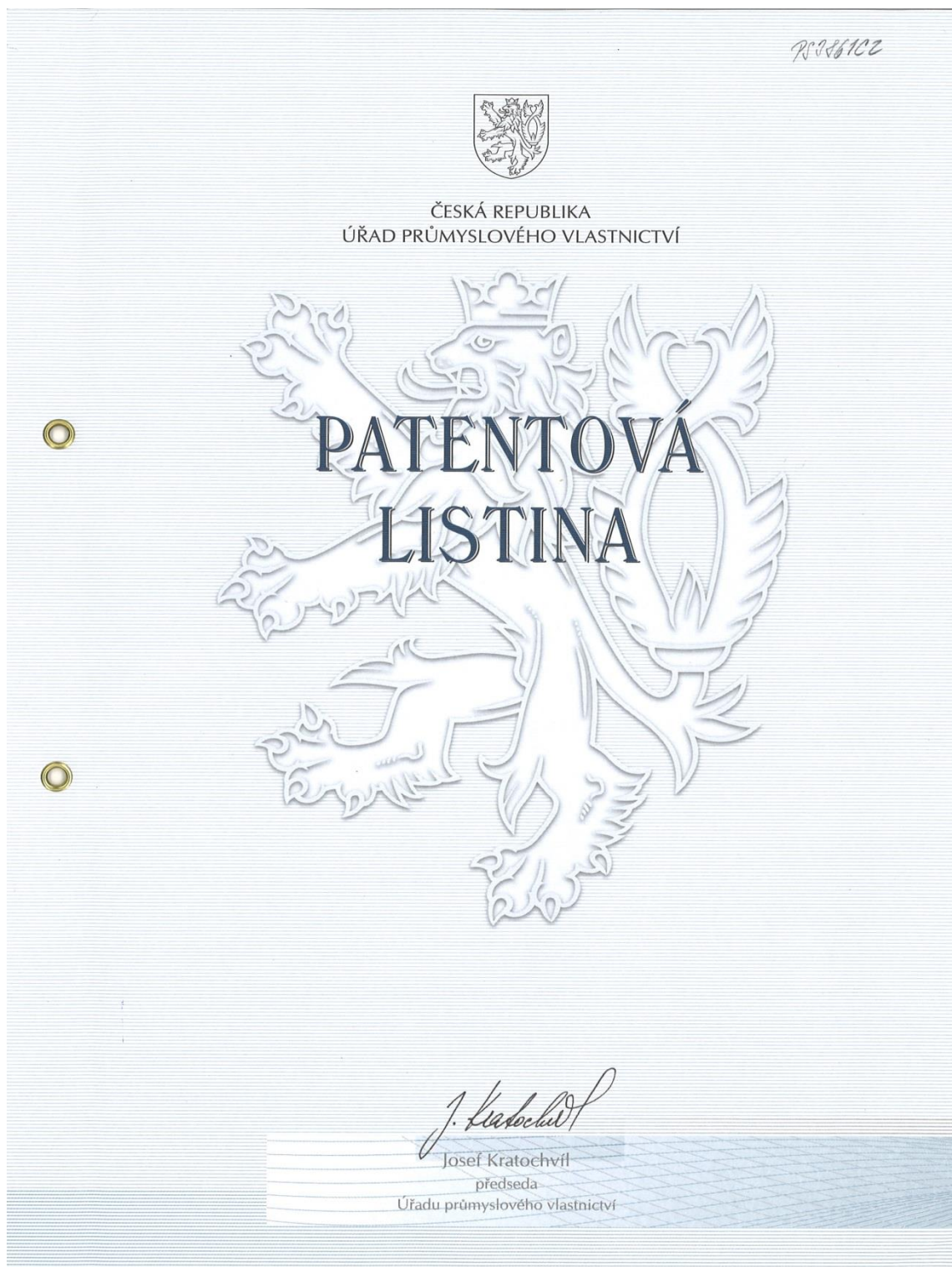
### 6. Zařízení s centrální sběrnou elektrodou s automatickým snímáním vrstvy nanovláken

Druh výsledku: G/B - Funkční vzorek, Předkladatel výsledku: Technická univerzita v Liberci / Fakulta strojní, Technická univerzita v Liberci / Ústav pro nanomateriály, pokročilé technologie a inovace, Dodavatel výsledku: MPO, MŠMT, Konsolidovaný rok uplatnění výsledku: 2012.

### 7. Funkční model zařízení na tvorbu 3D nanovrstvy.

Druh výsledku: G/B - Funkční vzorek, Předkladatel výsledku: Technická univerzita v Liberci / Fakulta strojní, Dodavatel výsledku: MŠMT, Konsolidovaný rok uplatnění výsledku: 2011.

## Příloha 1



Úřad průmyslového vlastnictví

udělil podle § 34 odst. 3 zákona č. 527/1990 Sb., v platném znění,

# PATENT

číslo

# 304099

na vynález uvedený v příloženém popisu.



V Praze dne 11.10.2013

Za správnost:

Ing. Jan Mrva  
vedoucí oddělení rejstříků

# PATENTOVÝ SPIS

(19)  
ČESKÁ  
REPUBLIKA



ÚŘAD  
PRŮMYSLOVÉHO  
VLASTNICTVÍ

(21) Číslo přihlášky: **2012-906**  
(22) Přihlášeno: **17.12.2012**  
(40) Zveřejněno: **16.10.2013**  
(**Věstník č. 42/2013**)  
(47) Uděleno: **05.09.2013**  
(24) Oznámení o udělení ve Věstníku: **16.10.2013**  
(**Věstník č. 42/2013**)

(11) Číslo dokumentu:

**304 099**

(13) Druh dokumentu: **B6**

(51) Int. Cl.:  
**D04H 1/728** (2012.01)  
**B82B 3/00** (2006.01)  
**D01D 5/00** (2006.01)

(56) Relevantní dokumenty:

US 2006138710 A; CN 201195772Y Y; CN 100535205C C; JP 4312090B B2; EP 1673493 B1.

(73) Majitel patentu:

Technická univerzita v Liberci, Liberec, CZ

(72) Původce:

Čmelík Jan Ing., Liberec 6, CZ

Ševčík Ladislav Doc. Ing. CSc., Liberec 11, CZ

Vejrych David Ing., Týniště nad Orlicí, CZ

(74) Zástupce:

Ing. Dobroslav Musil, patentová kancelář, Ing.

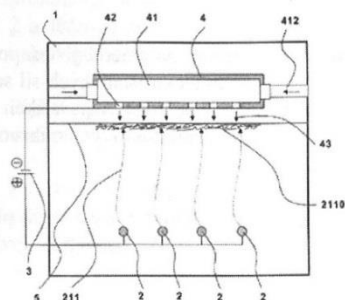
Dobroslav Musil, Cejl 38, Brno, 60200

(54) Název vynálezu:

**Způsob a zařízení k výrobě nanovláknenné textilie, zejména pro osazování živými organismy**

(57) Anotace:

Při elektrostatickém zvlákňování polymerů v elektrostatickém poli o vysoké intenzitě se během ukládání nanovláken (211) do vrstvy (2110) působí proudem (43) plynu, a to proti směru pohybu nanovláken (211), čímž se ve vytvářené vrstvě (2110) nanovláken (211) zvětší mezivláknenné prostory a zvětší se její objem. Zařízení k výrobě nanovláknenné textilie, zejména pro osazování živými organismy a/nebo buňkami, například pro scaffolds ve tkáňovém inženýrství zahrnuje zvlákňovací elektrodu (2) a sběrnou elektrodu (4), ke které je přifazena alespoň jedna tryska (42) pro přivádění plynu proti směru pohybu nanovláken (211).





## Příloha 2

	Stř. hodnota	Chyba stř. hodnoty	Median	Modus	Směr. Odchylka	Rozptyl výběru	Špičatost	Šikmost	Minimum	Maximum	Součet	Počet
PA 6	51	0,32	51	51	0,71	0,5	2	0,00	50	52	255	5
	80	0,32	80	80	0,71	0,5	2	0,00	79	81	400	5
	114	1,14	114	114	2,55	6,5	2	-0,91	110	117	570	5
	57	0,55	57	57	1,22	1,5	2	1,36	56	59	285	5
	92	0,32	92	92	0,71	0,5	2	0,00	91	93	460	5
	122	0,32	122	122	0,71	0,5	2	0,00	121	123	610	5
	65	0,95	65	63	2,12	4,5	-0,96296	0,52	63	68	325	5
	110	0,32	110	110	0,71	0,5	2	0,00	109	111	550	5
	158	0,32	158	158	0,71	0,5	2	0,00	157	159	790	5
	75	0,32	75	75	0,71	0,5	2	0,00	74	76	375	5
	120	0,71	120	120	1,58	2,5	-1,2	0,00	118	122	600	5
	172	0,84	172	172	1,87	3,5	2	1,15	170	175	860	5
PA 6 + vzduch	81	0,32	81	81	0,71	0,5	2	0,00	80	82	405	5
	131	0,32	131	131	0,71	0,5	2	0,00	130	132	655	5
	186	0,32	186	186	0,71	0,5	2	0,00	185	187	930	5
	88	0,32	88	88	0,71	0,5	2	0,00	87	89	440	5
	145	0,32	145	145	0,71	0,5	2	0,00	144	146	725	5
	200	0,71	200	200	1,58	2,5	-1,2	0,00	198	202	1000	5
	100	0,32	100	100	0,71	0,5	2	0,00	99	101	500	5
	155	0,71	155	155	1,58	2,5	-1,2	0,00	153	157	775	5
	211	0,63	211	211	1,41	2	2	0,00	209	213	1055	5
	110	0,55	110	110	1,22	1,5	2	-1,36	108	111	550	5
	172	0,55	172	172	1,22	1,5	2	-1,36	170	173	860	5
	233	0,32	233	233	0,71	0,5	2	0,00	232	234	1165	5
PA6+SF6	117	0,55	117	117	1,22	1,5	2	1,36	116	119	585	5
	181	0,32	181	181	0,71	0,5	2	0,00	180	182	905	5
	248	0,32	248	248	0,71	0,5	2	0,00	247	249	1240	5
	125	1,38	125	125	3,08	9,5	2	-1,28	120	128	625	5
	190	0,32	190	190	0,71	0,5	2	0,00	189	191	950	5
	260	0,32	260	260	0,71	0,5	2	0,00	259	261	1300	5

	stř. hodnota	Chyba stř. hodnoty	Medián	Modus	směr. Odchylka	Rozptyl výběru	špičatost	šikmost	Minimum	Maximum	Součet	Počet
PA 6	37	0,55	37	37	1,22	1,5	2	1,36	36	39	185	5
	72	0,45	72	73	1,00	1	-3	0,00	71	73	360	5
	72	0,45	72	73	1,00	1	-3	0,00	71	73	360	5
	43	0,32	43	43	0,71	0,5	2	0,00	42	44	215	5
	65	0,32	65	65	0,71	0,5	2	0,00	64	66	325	5
	88	0,45	88	89	1,00	1	-3	0,00	87	89	440	5
	35	0,45	35	34	1,00	1	-3	0,00	63	68	325	5
	53	0,84	53	53	1,87	3,5	2	1,15	109	111	550	5
	72	0,45	72	71	1,00	1	-3	0,00	157	159	790	5
	45	0,32	45	45	0,71	0,5	2	0,00	74	76	375	5
	67	0,32	67	67	0,71	0,5	2	0,00	118	122	600	5
	92	0,71	92	92	1,58	2,5	-1,2	0,00	170	175	860	5
	47	0,84	47	47	1,87	3,5	2	1,15	80	82	405	5
PCL + vzduch	70	0,84	70	70	1,87	3,5	2	1,15	130	132	655	5
	97	0,32	97	97	0,71	0,5	2	0,00	185	187	930	5
	49	0,71	49	49	1,58	2,5	-1,2	0,00	87	89	440	5
	73	0,84	73	73	1,87	3,5	2	-1,15	144	146	725	5
	100	0,32	100	100	0,71	0,5	2	0,00	198	202	1000	5
	26	0,32	26	26	0,71	0,5	2	0,00	25	27	130	5
	39	0,32	39	39	0,71	0,5	2	0,00	38	40	195	5
	54	0,84	54	54	1,87	3,5	2	-1,15	51	56	270	5
	30	0,55	30	31	1,22	1,5	2	-1,36	28	31	150	5
	46	0,55	46	46	1,22	1,5	2	1,36	45	48	230	5
	63	0,32	63	63	0,71	0,5	2	0,00	62	64	315	5
	33	0,32	33	33	0,71	0,5	2	0,00	32	34	165	5
	50	0,55	50	50	1,22	1,5	2	-1,36	48	51	250	5
PCL+SF6	68	0,71	68	68	1,58	2,5	-1,2	0,00	66	70	340	5
	39	0,55	39	39	1,22	1,5	2	1,36	38	41	195	5
	58	0,45	58	57	1,00	1	-3	0,00	57	59	290	5
	78	0,71	78	78	1,58	2,5	-1,2	0,00	76	80	390	5